

Debreceni Egyetem  
Mezőgazdaság-, Élelmiszertudományi és Környezetgazdálkodási Kar

BALLÁNÉ DR. KOVÁCS ANDREA  
DR. NAGY PÉTER TAMÁS

# Mezőgazdasági kémiai gyakorlat II.

Agrokémia

Debreceni Egyetem  
Mezőgazdaság-, Élelmiszertudományi és Környezetgazdálkodási Kar

**MEZŐGAZDASÁGI KÉMIAI GYAKORLAT II.  
(AGROKÉMIA)**

Összeállította:

Balláné Dr. Kovács Andrea

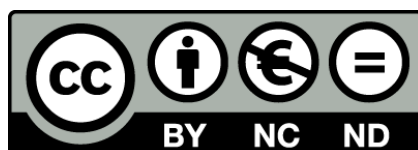
Dr. habil. Nagy Péter Tamás

Debrecen  
2014

Lektorálta:

Dr. Kiss Szendille  
egyetemi docens

Dr. Loch Jakab  
egyetemi tanár



Kiadta a Debreceni Egyetemi Kiadó Debrecen University Press  
Felelős kiadó: Karácsony Gyöngyi

## Tartalom

1. gyakorlat.....	5
1.1. Laboratóriumi munkarend, baleset-, munka- és tűzvédelmi rendszabályok.....	5
1.2. Vadgazda mérnöki, környezetgazdálkodási agrármérnöki és természetvédelmi mérnöki BSc szakoknak: .....	7
1.3. Kertészmérnöki, mezőgazdasági mérnöki, növénytermesztő mérnöki BSc szakoknak: .....	19
2. gyakorlat.....	22
2.1. Az optikai analitikai módszerek felosztása .....	22
2.2. Növényi minta foszfor-tartalmának meghatározása .....	25
2.3. Növényi minta nitrát-tartalmának meghatározása .....	26
3. gyakorlat.....	28
3.1. Növényi minta bór-tartalmának meghatározása .....	28
3.2. Növényi minta kén-tartalmának meghatározása.....	29
4. gyakorlat.....	31
4.1. Növényi minta kálium-tartalmának meghatározása .....	31
4.2. Növényi minta Ca-, Mg-, Fe-, Mn-, Zn- és Cu-tartalmának meghatározása.....	35
5. gyakorlat.....	38
5.1. A nitrogén-, foszfor- kálium- és összetett műtrágyák minőségi vizsgálata .....	38
6. gyakorlat.....	43
6.1. Növényi szövetnedv-vizsgálat.....	43

# 1. gyakorlat

## 1.1. Laboratóriumi munkarend, baleset-, munka- és tűzvédelmi rendszabályok

A laboratóriumi gyakorlatok sikeres végrehajtásának előfeltétele a megfelelő elméleti anyag elsajátítása és a baleset-, munka- és tűzvédelmi rendszabályok betartása.

A laboratóriumi gyakorlatok alkalmával a hallgatók kötelesek a gyakorlat időpontjában pontosan megjelenni, az aktuális elméleti és gyakorlati tananyagból felkészülni. A laboratóriumban ajánlatos védőruházatot (köpeny, hajháló, zárt cipő) használni, a gyakorlaton elvégzett vizsgálatokról jegyzőkönyvet kell vezetni.

A hallgató köteles:

- a gyakorlatvezető tanár utasításait valamint a munka-, tűz- és balesetvédelmi óvórendszabályokat maradéktalanul betartani,
- a gyakorlat megkezdése előtt a táskákat, kabátokat, stb. a ruhatárban elhelyezni,
- az okozott kárt megtéríteni.

Munka-, tűz- és balesetvédelmi óvórendszabályok

**Általános rész:**

- Az eredményes munka feltétele a pontosság, a rend, a tisztaság, az előírások szigorú betartása.
- A laboratóriumban enni, inni, dohányozni, a vegyszereket kóstolgatni, a feladattól eltérő tűzveszélyes tevékenységet folytatni szigorúan tilos.
- A hallgatók kötelesek nemcsak saját, hanem társaik testi épségére fokozottan ügyelni!

**Speciális rész:**

- Kísérletet csak tiszta edényben végzünk. Felirat nélküli edénybe vegyszert nem helyezünk.
- A kísérlet elvégzése után az edényt először csapvízzel elmoszuk, majd desztillált vízzel többször átöblítjük.
- Mérgező vagy maró hatású anyagokat hagyományos üvegpipettába felszívni nem szabad.
- Vegyszerek adagolása, hevítése esetén a fröccsenés veszélye miatt nem szabad az edény fölé hajolni, illetve az edény nyitott végét magunk vagy mások felé tartani.
- Savat vagy lúgot a lefolyóba önteni csak előzetes hígítás után szabad.
- Tömény savak vagy lúgok hígításakor mindig a savat vagy lúgot öntjük a vízhez óvatosan, folyamatos kevergetés és hűtés közben.
- Ha maró hatású folyadék kerül bőrünkre, szemünkbe, mossuk le bő vízzel. Tömény sav esetén a közömbösítésre 2%-os bóraxoldat (bőr sérülésekor), tömény lúg esetén 2%-os bórsavoldat (szem és bőr sérülésekor) használható. Ha sav cseppen a szemünkbe, akkor a bő vízzel való öblítés után, 2 %-os  $\text{NaHCO}_3$  oldattal közömbösíthetjük.
- A reakció során keletkezett gázokat ne közvetlenül, hanem kezünkkel enyhe légáramlatot hajtva nagyon óvatosan szagoljuk meg.
- Nyílt láng mellett tilos illékony, gyúló anyaggal dolgozni.
- Meggyulladt vagy égő szerves anyagot tűzoltó készülékkel kell oltani.
- A vízzel nem elegyedő szerves anyagokat vízzel nem lehet oltani. Erre a célra használjunk inkább homokot.
- Ha ruhánk lángra kap, nagy felületű ruhadarab ráterítésével fojtsuk el a tüzet.

- Melegítéskor a folyadékot állandóan mozgassuk. Folyadékok melegítésénél tartsuk oldalra a kémcsövet és ne irányítsuk se magunk, se a társunk felé, mert könnyen kifröccsenhet.
- Melegítés előtt az edényeket kívülről megtöröljük, ez a tűzállókra is vonatkozik.
- A laboratóriumból való távozás előtt mindig meg kell győződni arról, hogy a gáz- és vízcsapokat elzártuk. Távozás előtt az asztalról és a székről az odafröccsent vegyszer nyomait eltávolítjuk, szárazra töröljük, és az elektromos berendezéseket kikapcsoljuk.
- A gyakorlat végeztével a munkaasztalokat tisztán, rendben kell hagyni.

**Bejelentési, intézkedési kötelezettségek:**

- Minden sérülésről azonnal értesíteni kell a gyakorlatvezetőt.
- Súlyosabb baleset bekövetkeztekor orvost vagy mentőt kell hívni a 104-es vagy a 112-es telefonszámon.
- Tűzeset bekövetkeztekor, még az eloltott tűzesetről is, értesítjük a tűzoltóságot a 105-ös telefonszámon.

**A tűzjelzés és baleset bejelentés esetén közlendő adatok:**

- a tűz- és/vagy baleset pontos helyét, a létesítmény címet (helység, utca)
- a tűz és/vagy baleset kiterjedését, a tűzben részt vevő anyagok és/vagy balesetet okozó anyagok fajtáját,
- információt a veszélyeztetett személyekről,
- további veszélyhelyzet kialakulásának lehetőségét,
- a jelzést adó nevét és a használt telefon számát.

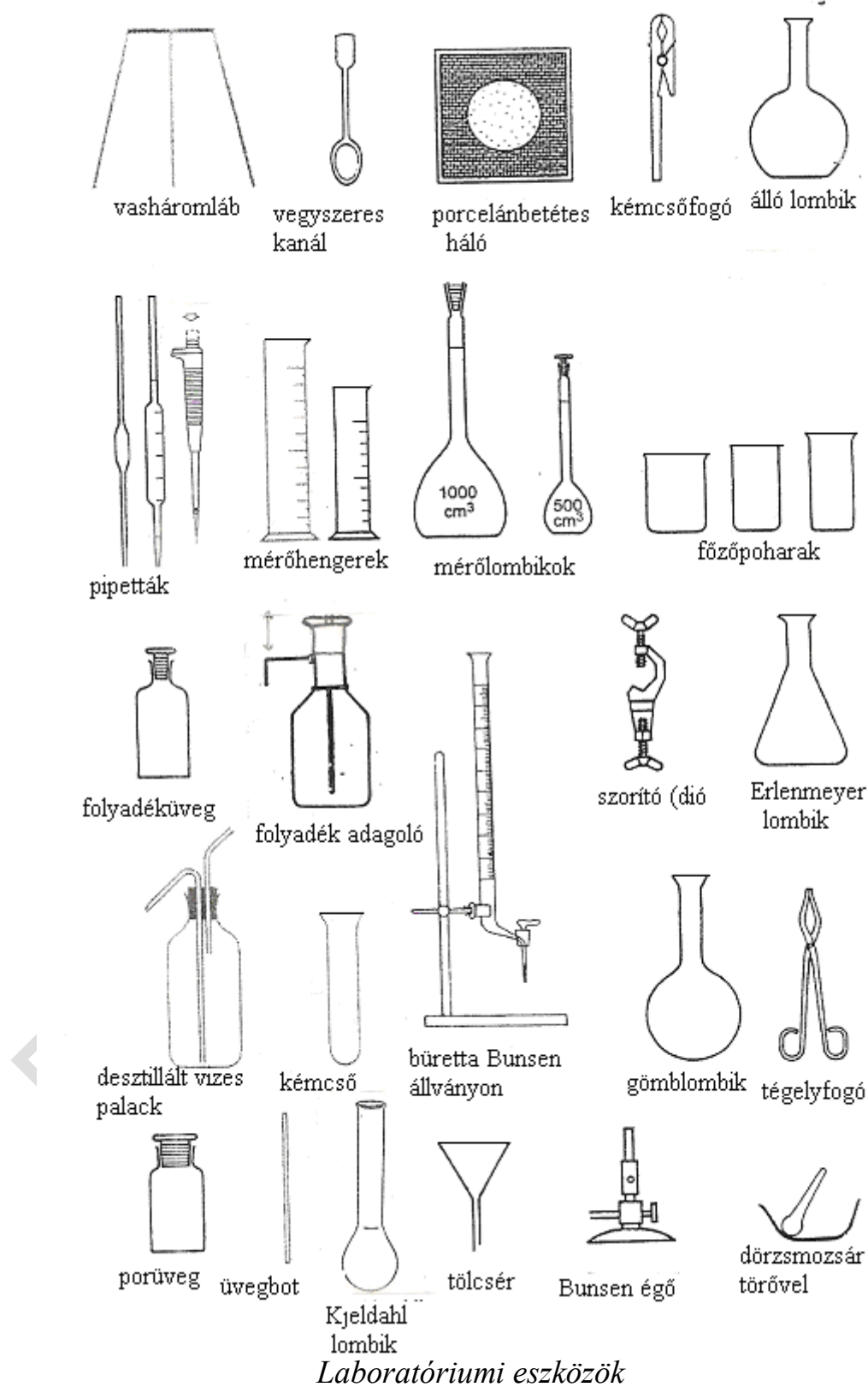
**Kiürítés**

Amennyiben szükséges a tűz és/vagy baleset által érintett épületrészek kiürítését és oltását haladéktalanul meg kell kezdeni.

Tűz esetén, a tűz jelzésében, továbbá tűzoltási tevékenységben, a mentési munkákban – amennyiben életveszéllyel nem jár – minden hallgató köteles (állampolgári kötelesség) a tőle elvárható módon részt venni, riasztani, információt adni, esetlegesen elsősegélyt nyújtani.

## 1.2. Vadgazda mérnöki, környezetgazdálkodási agrármérnöki és természetvédelmi mérnöki BSc szakoknak:

Fontosabb laboratóriumi eszközök



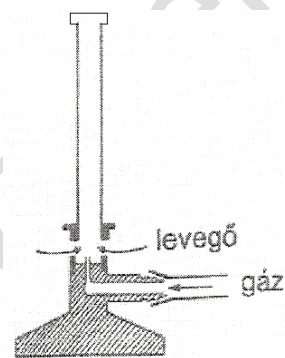
A laboratóriumi üvegeszközök egy része nem hőálló üvegből készül, így ezeket melegíteni tilos. Ilyen például az üvegtölcsér, mérőlombikok, pipetták és mérőhengerek. Közvetve, tehát porcelánbetétes hálón keresztül melegíthetők a főzőpoharak és az Erlenmeyer lombikok. Közvetlenül melegíthetők a kémcsövek, gömblombikok és a Kjeldahl lombikok.

### Laboratóriumi alapszabványok

#### Bunsen égő használata

A Bunsen égő a leggyakrabban használt laboratóriumi gázégő. Bunsen égő fűvókáján át jut az éghető gáz a csőbe. Az égőn a levegő beáramlását egy körgyűrű segítségével lehet szabályozni. Ha körgyűrű zárt állásban van, akkor az égés oxigén ellátottsága nem megfelelő, ekkor az égő sárgás, kormozó lánggal ég, ugyanis apró szén részecskék keletkeznek. Ha a körgyűrű megfelelő beállításával elegendő oxigént juttatunk a beáramló gázhoz, akkor az égő kék, szűrő lánggal ég. Ekkor az égés tökéletes, széndioxid keletkezik az égés során. A szűrő láng hőmérséklete nagyobb, mint a kormozó láng hőmérséklete.

Az égő meggyújtása előtt a levegőző nyílást el kell zárni, majd a gázcsap kinyitása után gyújtjuk meg a gázt. Ekkor sárgás színű kormozó lángot kapunk. A kék, szűrő láng beállításához a levegőző nyílást a kívánt mértékig nyitjuk ki, de nem teljesen, mert ekkor előfordulhat, hogy az égő is begyullad, vagyis a gáz közvetlenül a fűvókánál ég. Ilyenkor a gázcsap elzárása után az égőt lehűtjük, és csak ezután gyújthatjuk meg újból a gázt.



Bunsen égő

#### Folyadékok melegítése

a. A kémcsőben levő folyadék térfogata maximum a kémcső térfogatának egyharmada legyen. A kémcsövet nyílt lángon melegíthetjük, ferdén tartva a gázégő lángjának a felső harmadába helyezve. A kémcsövet kémcsőfogóba fogjuk be. A kémcsőben lévő folyadékot a kémcső rázogatóásával állandó mozgásban tartjuk a lökdösődő forrás elkerülésére. Ügyeljünk arra, hogy a kémcső száját se magunk se a szomszédunk felé ne fordítsuk.

b. A főzőpohárban, Erlenmeyer lombikban levő folyadékot közvetve, azbesztes dróthálón (kerámiabetétes dróthálón, kerámialapon) keresztül melegítjük. Az egyenletes forrás biztosítására használjunk néhány horzsakövet. A melegített edényt a melegítés kezdete előtt kívülről töröljük szárazra, mert különben könnyen elrepedhet.

#### Tömegmérés, a laboratóriumi mérlegek jellemzői

##### A mérlegek jellemzői:

A *mérés határ*– az a maximális tömeg, amivel a mérleg terhelhető, az *érzékenység*– az a legkisebb tömeg, amelyre a mutató (vagy kijelző) egy osztással kitér, a *torzítás*– a valós tömeg és a mért tömeg közötti százalékos eltérés.

A laboratóriumban használt mérlegek:

A *táramérlegek* 0,01 g érzékenységgű mérlegek, melyek mérés határa 100–500 g lehet.

A *precíziós mérleg* pontosabb, 1 mg (0,001 g) érzékenységgű mérést tesz lehetővé, felső mérés határa 100–200 g közötti.

Az *analitikai mérleg* még pontosabb, ezekkel 0,0001 g (0,1 mg) érzékenységgel mérhetünk. Ez a mérlegtípus érzékeny a légmozgásra, rázkódásra, szennyezőkre (szálló por) ezért üvegezett szekrényben tartjuk, hogy a portól, huzattól megvédjük. Mérés határa 100–200 g.

A mérlegek kijelzője többféle lehet. Napjainkban leginkább digitális kijelzésű mérlegeket használunk.





*Táramérleg*

*A mérés kivitelezése digitális mérlegen:*

Ha vegyszert mérünk be, akkor először a mérlegre üresen ráhelyezzük az edényt amibe majd a vegyszert tesszük, és edénnyel együtt nullázzuk le a mérleget. Ez a művelet a tárazás. Ha ezután az edényt az anyaggal együtt helyezzük a mérleg lapjára, akkor már csak az anyag tömege fog megjelenni a mérlegen.

*A mérleg használatakor betartandó szabályok:*

1. A mérleget rázkódásmentes, egyenletes hőmérsékletű, korrozív gőzöktől mentes helyiségben kell felállítani.
2. A mérleget csak vízszintesen felállítva szabad használni. Mérés előtt ellenőrizni kell a vízszintjelző buborékok helyzetét. A lábcsavarok magasságát változtatva a mérleg vízszintbe hozható.
3. A mérendő tárgyat mindig a serpenyő közepére helyezzük el, hogy egyenletes terhelést okozzon.
4. Közvetlenül a serpenyőbe ne tegyünk vegyszert, óraüvegen, főzőpohárban, papírlapon vagy egyéb edényben végezzük a bemérést.
5. A mérleg serpenyőjére nem szabad semmit sem ráejteni.
6. Mérés közben és használaton kívül a mérleg ajtaját tartjuk zárva.

***Térfogat- és sűrűségmérés***

***Térfogatmérő eszközök***

A térfogatmérő eszközöket két nagy csoportra oszthatjuk aszerint, hogy a belőlük kiönthető, vagy a beléjük tölthető folyadék térfogatának mérésére használhatók. Kifolyásra kalibrált mérőeszköz a mérőhenger, pipetta, buretta. Feltöltésre kalibrált mérőeszköz a mérőlombik.

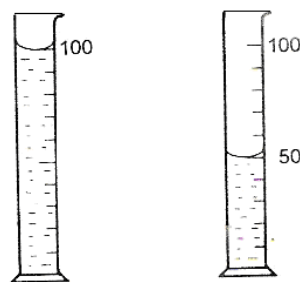
A hőmérséklet emelkedésével a folyadékok térfogata általában növekszik. Ezen az elven alapul a hőmérő is. Melegítés hatására a folyadék részecskéinek mozgása intenzívebbé válik, ezért nagyobb teret töltenek be. Így a térfogatmérésnél akkor járunk el pontosan, ha a folyadék hőmérséklete megegyezik a térfogatmérő eszköz hitelesített hőmérsékletével (általában 20 °C). *Térfogatmérő eszközöket melegíteni tilos!*

A **mérőhengert** adott térfogatú folyadék kimérésére használjuk. A mérőhenger olyan üveg- vagy műanyaghenger, amelynek falán beosztás található, így az adott térfogathatáron belül tetszés szerinti folyadékmennyiség mérhető vele.



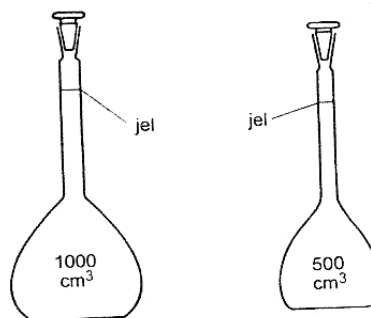
*Analitikai mérleg*

A beosztáson látható legkisebb egység a mérőhenger méretétől és pontosságától függően lehet:  $0,1\text{cm}^3$ ,  $0,5\text{cm}^3$ ,  $1\text{cm}^3$ ,  $2\text{cm}^3$ ,  $5\text{cm}^3$ . A mérőhenger nem pontos mérőeszköz, mivel nagy az átmérője. Akkor használjuk, ha az anyag térfogatát elegendő csak közelítő pontossággal megadni.



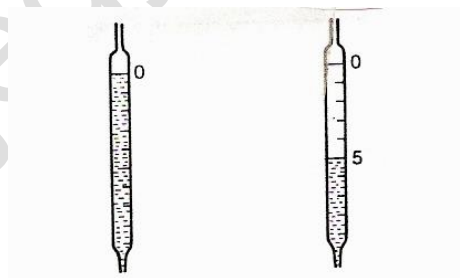
*Mérőhengerek*

A **mérőlombikot** meghatározott koncentrációjú oldatok készítésére ill. hígítására használjuk. A mérőlombik keskeny nyakán egy jel található. Ha eddig a jelig töltjük fel folyadékkal, akkor éppen a lombikon jelzett térfogatot tartalmazza. A mérőlombik tehát csak meghatározott mennyiségű folyadék mérésére alkalmas.



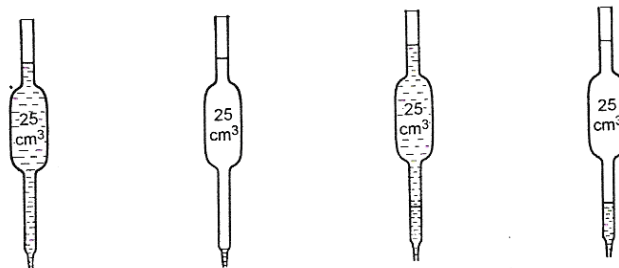
*Mérőlombikok*

A **pipetta** adott térfogatú folyadék pontos kimérésére szolgáló mérőeszköz. Pontosabb, mint a mérőhenger, mert a leolvasás helyén szűk a pipetta átmérője, így néhány csepp folyadékkülönbség is jól látható szintkülönbséget okoz. Több fajta pipetta létezik. Az **osztott pipetta** falán beosztás látható, így többféle térfogat is mérhető vele.



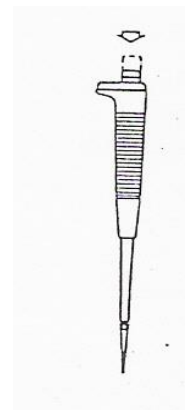
*Osztott pipetták*

A **hasas pipettával** csak meghatározott, a pipettán feltüntetett térfogatú folyadék mérhető. Kétféle hasas pipettával is mérhetünk. Az **egyjelű hasas pipettának** a felső jelig kell felszívunk a folyadékot, majd teljesen leengedjük. A pipetta kihúzott végében mindig marad egy kevés folyadék, ezt soha ne fújjuk ki, mert csak így mérhető pontosan a jelzett térfogat! A **kétjelű hasas pipettával** a folyadékot a felső jeltől az alsó jelig engedjük ki.



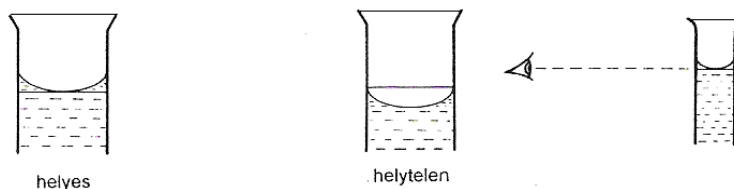
*Az egyjelű hasas pipetta és a kétjelű hasas pipetta*

Sorozatméréseknél ún. **automata–pipettákat** használunk. Ezek cserélhető, kb. 10 cm hosszúságú és 1 cm átmérőjű, végükön beszűkített műanyag pipetta–hegygel ellátott dugattyús megoldású eszközök. A végükön található gomb segítségével be tudjuk állítani a mérni kívánt térfogatot. Pontosságuk kissé elmarad a hagyományos üvegeszközökétől (kb.  $\pm 2\%$ ), viszont nagy előnyük, hogy gyorsan lehet velük mérni, így jól helyettesítik az osztott–pipettát. Laboratóriumi használatuknál időközönként célszerű a pipetta pontosságát kalibrálással ellenőrizni.



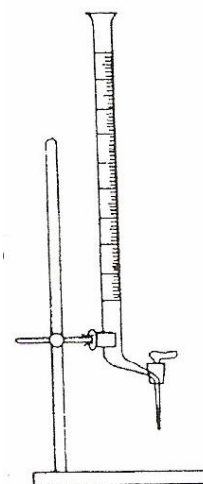
*Automata pipetta*

A folyadékok térfogatának pontos mérésénél figyelemmel kell lennünk a folyadékfelszín (meniszkusz) pontos beállítására. Laboratóriumi munkánk során vizes oldatokkal dolgozunk, melyek határfelülete homorú. **Mindig a meniszkusz közepét állítjuk a jelre. A pontos mérés másik feltétele, hogy a meniszkuszt mindig szemmagasságban kell beállítani.**



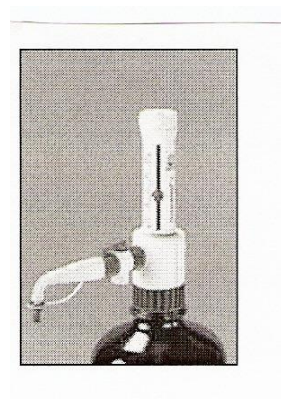
*A meniszkusz helyes és helytelen beállítása nedvesítő folyadékoknál, valamint a meniszkusz pontos beállítása szemmagasságban.*

A **büretta** általában 1 cm átmérőjű, 10–25–50 cm<sup>3</sup> össztérfogatú folyadékadagoló, az osztott pipettához hasonló, beosztással ellátott eszköz, amelyet függőlegesen állványba fogva használunk. Felső pereme általában kiszélesedik, ezért a folyadékot tölcser nélkül is bele lehet önteni. Alsó végén egy csap található, melynek segítségével a belőle kifolyó folyadékmennyiséget szabályozzuk. A beosztás nulla pontja felül található. Feltöltésénél a nulla pont fölé töltjük a folyadékot és az alsó csap segítségével állítjuk a meniszkuszt a jelre. A büretta alkalmas az össztérfogaton belül tetszőleges térfogatú folyadékrészletek lemérésére, adagolására (cseppenként is). Leggyakrabban az analitikában térfogatós elemzésnél mérőoldatok adagolására használják.



*Büretta*

A laboratóriumi sorozatméréseknél nagy segítséget jelentenek a modern **tartályos adagoló eszközök** (diszpenzer), amelyek a folyadékot adagolófejjel ellátott üveg tartályban tárolják. Az adagolófej a fecskendőhöz hasonlóan működik, a beállított térfogatú folyadék felszívását és kinyomását biztosítja. Pontossága megközelítőleg a mérőhengerével egyezik meg.



Folyadékadagoló

#### A gyakorlat során elvégzendő feladatok

1. A Bunsen-égő használatának gyakorlása, kormozó illetve szűrő láng beállítása.
2. Precíziós mérleg használata
3. Térfogatmérés gyakorlása

### Kémiai analízis

A kémiai analízis két főbb csoportra bontható: minőségi (kvalitatív) és mennyiségi (kvantitatív) elemzés.

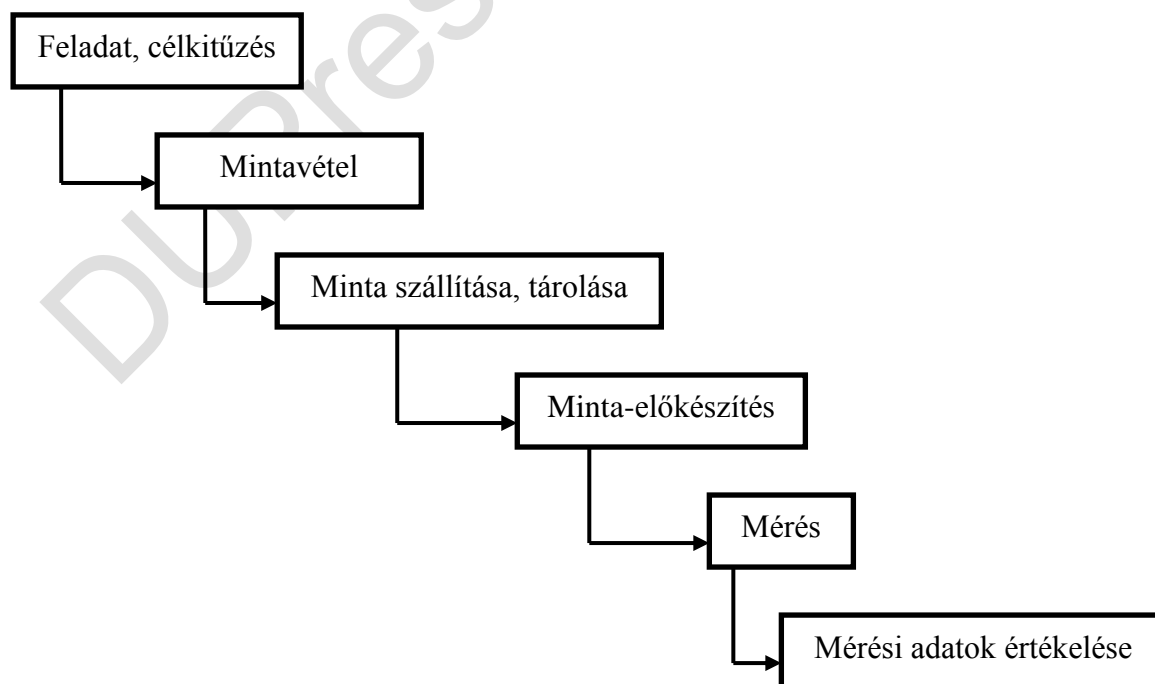
**Kvalitatív** kémiai **analízis**re jellemző, hogy a vizsgálandó anyag, minta minőségi összetételét vizsgáljuk (milyen elemek, vegyületek, funkciós csoportok, kötések szerepelnek a mintában).

A **kvantitatív kémiai analízis** során egy anyagban, mintában lévő adott komponens/ek mennyiségét határozzuk meg analitikai kémiai módszerek segítségével.

Egy másik csoportosítás szerint beszélhetünk mind a mennyiségi, mind a minőségi analízisen belül **klasszikus** és **modern** analitikai eljárásokról.

#### A kémiai analízis lépései

A kémiai analízis összetett folyamat, amelynek a főbb lépései az 1. ábrán láthatók.



1. ábra: A kémiai analízis lépései

1. A kémiai analízis első lépése a feladat megfogalmazása, ebben a lépésben kell a megoldandó konkrét analitikai feladatot egyértelműen és pontosan körülhatárolni a vizsgálat célját kitűzni.
2. Ehhez kell igazítani a mintavételt az első gyakorlati lépést, amelynél a döntő szempont, hogy egy anyagi rendszerből kivett kis tömegű vagy térfogatú minta, amellyel a kémiai analízist elvégezzük, ugyanolyan összetételű legyen, mint a vizsgált anyagi rendszer, erre nézve kell reprezentatívnak lennie. Az analízis eredményével ugyanis csak ebben az esetben jellemezhetjük az egész rendszert. A mintavétel technikai megvalósítása a kitűzött analitikai céltól és a vizsgálni kívánt anyag fizikai és kémiai tulajdonágaitól egyaránt függ.
3. A mintavételt követi a minta szállítása, tárolása, amely során olyan körülményeket kell biztosítani, hogy a minta összetétele az elemzés elvégzéséig ne változzon meg. Ennek módját elsősorban a minta típusa és az elemezni kívánt komponens természete határozza meg.
4. A kémiai analízis következő lépése a minta-előkészítés, melynek segítségével a mintát ún. mérési alakra hozzuk, hogy azt az előzőleg kiválasztott analitikai módszerrel elemezni lehessen. A minta-előkészítést úgy kell végrehajtani, hogy a vizsgálni kívánt mintakomponensekből ne léphessen fel veszteség, a minta más (idegen) komponensekkel ne szennyeződjön, azaz a minta megőrizze eredeti összetételét. A minta-előkészítés módja függ a minta típusától, a vizsgálni kívánt komponensek tulajdonságaitól és a kiválasztott elemző módszertől.
5. A következő lépés a mérés, mely olyan kémiai, fizikai–kémiai műveletek összessége, amelyek segítségével olyan érzékszervi észlelésekhez, illetve számszerű vagy számszerűsíthető adatokhoz jutunk, amelyek egyértelmű összefüggésben vannak a mintában levő komponensek minőségével és/vagy mennyiségével.
6. A mérési adatok értékelése a különböző analitikai módszerekkel kapott érzékszervi (főleg vizuális) észlelések rendszerezését, illetve a kapott számszerű adatok numerikus, grafikus illetve statisztikai vagy egyéb módon történő feldolgozását jelenti, amelyekből a minta minőségi és mennyiségi összetételét határozzuk meg és értékeljük a célkitűzésben megfogalmazott elvek, célok alapján.

### **Mintavétel**

A megfelelő talaj- és a növénymintavétel a kémiai analízis első és egyben egyik legfontosabb lépése. A helytelen mintavétel során ugyanis olyan hibák véthetők, melyeket később az analízis során már nem tudunk korrigálni és hiába rendelkezünk nagy pontosságú mérőműszerekkel, a kapott eredmények hibásak lesznek és valótlan konklúziók levonását okozhatják.

Szakszerű, gazdaságos és környezetkímélő tápanyag–utánpótlás megvalósítása csak együttes talaj- és növény vizsgálat alapján lehetséges.

A mintavétel általános és speciális szabályait nemzetközi és hazai jogszabályok, szabványok írják elő. Ezekről eltérni inkább csak speciális kutatási projekteken belül a kutatási irányvonalhoz igazítottan érdemes, azt is csak megfelelő indoklással.

Számos esetben (támogatási pályázat, környezetvédelmi vizsgálat stb.) a körülmények akkreditált mintavételt írnak elő, melyet csak a jogszabályban rögzített követelményeknek megfelelő, engedéllyel rendelkező személy végezhet.

### **A mintavételi helyek kijelölése**

A mintavételezés előtt célszerű az adott területre vonatkozóan többirányú előtanulmányt folytatni. Szakirodalmi adatok alapján tájékozódni kell a térség természeti adottságairól, a terepfelszíni viszonyokról. A korábban a területről készült talajtérképek és magyarázatok

nagy segítséget nyújtanak csakúgy, mint a területről készült légi fényképek, műhold képek és blokkterképek. A mintavételi helyeket kiválasztani csak a helyszíni bejárás, terepszemle után lehetséges. A mintavétel megkezdése előtt szükséges, a termőhelyet jellemző egyéb adatok tanulmányozása (talajvízszint mélysége, ingadozása stb.).

A helyszíni bejárás során megfigyeljük a jellegzetes terepalakulásokat, s a szembetűnő talaj- és/vagy állománykülönbségeket lehatároljuk. A mintavételi pont vagy a feltárt talajszelvény helyét a térképen fel kell tüntetni, illetve érdemes feljegyezni azok GPS koordinátáit.

Növény-mintavételnél a mintavételi egységet meghatározza az esetleges elővetemény, faj- és fajtaváltozás. Célszerű a növényt mintavétel helyeit a talajmintavétel helyeihez igazítani.

## 1. A talajmintavétel szabályai tápanyag-utánpótlási szakvéleményhez

A mintavételezés célja az adott területre jellemző (reprezentatív) átlagminta vétele. Az átlagminta nem más, mint több azonos tömegű és térfogatú pontminta anyagának egyesítésével és összekeverésével előállított minta. Egy átlagminta maximálisan 5 ha területet jellemezhet. Amennyiben egy parcella területe meghaladja az 5 ha-t, úgy a parcellát 5 ha-os, lehetőleg homogén területekre kell bontani.

Az átlagmintát talajtaniilag egységes területről azonos módszerrel, azonos szintből és egységes módszerrel kell venni:

- szántóföldi kultúráknál a művelt rétegből (0–30 cm) parcellánként, de max. 5 hektáronként veszünk egy átlagmintát,
- rét–legelő kultúráknál 2–20 cm mélységből parcellánként, de max. 5 hektáronként veszünk egy átlagmintát,
- álló kultúráknál 0–30 és 30–60 cm,
- bogyósoknál 0–20 és 20–40 cm szintekből kell 1–1 talajmintát venni.

Minél több pontmintából rakjuk össze az átlagmintát, annál pontosabb eredményre számíthatunk (rét–legelő esetén minimum 30, szántóföldi kultúra esetén legalább 20 ponton vegyünk azonos tömegű részmintákat). A mintázandó területről a részmintákat cikk-cakk vonalban vagy átló mentén vegyük úgy, hogy az a területet a lehető legjobban reprezentálja. A minták száma jelentősen függ a vizsgálat céljától, így annak függvényében kell meghatározni.

### **TILOS mintát venni:**

- szántóföldi kultúráknál a tábla szélén 20 m-es sávban
- a forgókban
- a szalmakazlak helyén
- műtrágya, talajjavító anyag, szerves trágya depók helyén
- állatok delelő helyén
- az őszi alaptrágyázott területekről a következő évben a trágyázástól számított 100 napon belül
- a tavasszal műtrágyázott területekről a betakarítás után, de az utolsó trágyázástól számított 100 napon belül, szerves trágyázás esetén 6 hónapon belül.

A mintavétel optimális időpontja a termés betakarítása utáni, még a trágyázás előtti időszak, mikor a talaj művelhető állapotban van. A mintavétel mind gépi, mind pedig kézi mintavevő eszközökkel elvégezhető. A mintavétel során összesen átlagmintánként mintegy 1–2 kg tömegű talaj kerüljön begyűjtésre polietilén zacskóba, amelynek mérete lehetővé teszi, hogy az saját anyagával kerüljön bekötésre.

A zacskó bekötése előtt a mintákat mintaazonosító jeggyel célszerű ellátni a későbbi azonosítás végett. A mintaazonosító jegyet célszerű külön zacskóba elhelyezni talajt tartalmazó zacskóban (az adatok olvashatóságának biztosítása miatt).

## A talajvizsgálatok fajtái

A talajvizsgálatokat, a vizsgálandó paramétereket tekintve, alapvetően három csoportba sorolhatjuk.

- alapszintű vagy szűkített talajvizsgálat
- bővített talajvizsgálat
- teljes körű talajvizsgálat

Az alapszintű vagy szűkített talajvizsgálat során vizsgált paraméterek:

Arany-féle kötöttség, pH,  $y_1$ ,  $\text{CaCO}_3$  %, humusz %, összes vízdoldható só%,  $\text{NO}_3\text{-N}$  és  $\text{NH}_4\text{-N}$ ,  $\text{AL-P}_2\text{O}_5$ ,  $\text{AL-K}_2\text{O}$

A bővített talajvizsgálat során vizsgált egyéb paraméterek:

az alapszintű vizsgálati paraméterek és Na, Mg, Zn, Cu,  $\text{SO}_4\text{-S}$

A teljes körű talajvizsgálat során vizsgált további toxikus paraméterek:

a bővített talajvizsgálati paraméterek és Cd, Ni, Pb, Hg, Cr, As

## 2. A növénytavétel szabályai a növények tápanyagtartalmának meghatározásához

Növénytavételre is jól alkalmazhatjuk a talajmintavételhez használt mintavételi kódtérképeket, mert a növény-mintavételi egységek meghatározásánál is a talaj-mintavételi egységek az irányadók. A növénytavétel egysége a talajmintavétel egységével azonos, vagy annak egész számú többszöröse lehet.

### A szántóföldi kultúrák mintavétele

A mintavételi egységet meghatározza az elővetemény és a fajtaváltozás. A kijelölt mintavételi egységről fő átlói mentén 2 db átlagmintát veszünk. A két átlagmintát külön mintaként kezeljük. Egy mintát 50–100 db növény, de legkevesebb 50 db növény vagy 100 db növényi szerv (levél, levélnyel) képez. A fejlődési stádium meghatározása és feljegyzése nagyon fontos. Célszerű a mintát olyan meghatározott fejlődési stádiumban venni, melyre ismertek az ellátottsági határértékek. Ezek hiányában nehezen vagy egyáltalán nem értelmezhető a növényvizsgálatok eredménye. A mintát papírzacskóba vagy műanyagbólban gyűjtjük. A mintavétel megkezdése előtt minden zacskóban el kell helyezni a mintaazonosító jegyet. A mintaazonosító jegyet polietilénből készült, erre a célra rendszeresített tasakban helyezük el a mintagyűjtő zacskókban.

### A hagyományos telepítésű ültetvények mintavétele

A mintavételi egység a talajmintavétellel minden esetben megegyező, 5 ha-os területről történik. A mintavételi egységről 2 db átlagmintát veszünk, párhuzamos mintavételi módszerrel, lehetőleg a két átló mentén. Egy mintavételi egységbe csak egyazon fajta tartozhat. Ha a fajta 5 ha-nál kisebb területet alkot, akkor ez a terület az irányadó, ha a terület 5 ha-nál nagyobb és egybefüggő, úttal el nem választott terület, akkor maximálisan 12–15 ha lehet egy mintavételi egység.

Szőlő esetén az első fűrttel szemben lévő, ép, egészséges levéllemezt (nyél nélkül) szedjük le. Egy-egy töről egy levelet gyűjtünk. Egy minta átlagosan 100 db levélből áll. A 5 ha-nál nagyobb területekről legfeljebb 200 levelet gyűjtünk.

Gyümölcsösben egy fáról 2–4 levelet szedünk a fa két sorköz felőli vagy mindegyik oldaláról, a koronaszint alsó harmadából, vállmagasságból.

A mintát mindig a korona felületéről (ún. fénylevél) szedjük, a termőhajtás középső részéről (a hajtáscsúcsától számítva visszafelé a 6.–8. levél). Egy minta átlagosan 100 db levélből áll. Levélelemzés céljára általában kifejlett, fajtára jellemző, ép, egészséges levelet szedünk. Ha az ültetvényre (a mintaterület egészén) valamilyen hiánytünetes levél a jellemző, akkor az átlagmintába ilyeneket is szedünk. Ha a beteg, hiánytünetes levelek csak foltokban fordulnak

elő, akkor az átlagmintából ezeket a részeket kihagyjuk, de külön megmintázzuk. A jelenséget a kísérőbárcára feljegyezzük. Vegyes állományú ültetvény esetében mindig a főfajtát mintázzuk szélső fákról, porzókról nem szedünk mintát. Nem szabad különböző fajtájú növények leveleit egybegyűjteni és átlagmintaként kezelni.

### **A huzalos, kordonos ültetvények mintavétele**

Huzalos, kordonos ültetvényeknél ugyanúgy 5 ha-os területegységként fajtaazonos tábláról gyűjtjük a mintát, mint a hagyományos telepítésű ültetvényeknél. Az átlagminta képzésére, fajtaegységre és a terület művelésének mértékére vonatkozóan a hagyományos telepítésű ültetvényeknél leírtak az irányadók. A táblarendezések, a sövényyszerű művelésmód az átlós bejárást nem teszi lehetővé. E szerint a keresztben át nem járható ültetvényekben a valódi átlós mintavétel helyett a talaj-mintavételi gyakorlatban elfogadott többszörös mintavételt alkalmazzuk. A bejárandó hasznos mintavételi út hossza körülbelül feleljen meg a két átló hosszának. A közel négyzet alakú táblánál három soron, ha a tábla vagy táblarész mérete a sorok irányában kisebb, mint a fele a keresztirányúnak, négy vagy öt soron haladjunk végig. A szélső 3–5 sorról ne vegyünk mintát a “szélhatás” elkerülésére, ugyanígy az első oszlopköz (szőlőnél) vagy az első 3–5 fa (gyümölcsnél) megmintázása sem megengedett.

A mintákat a napfénytől óvni kell.

*Mind a talaj-, mind a növény-mintavételnél ajánlatos mintavételi jegyzőkönyvet vezetni, melybe a mintavételkor a helyszínen tapasztalt körülmények kerülnek rögzítésre. Ilyen körülmény a mintavétel helyének fekvése, kitettsége, az állomány, fa kondíciója, a talajminta állaga, a gyökérfejlődés mélysége, illetve a gyökerek mennyisége stb..*

### **A minták csomagolása, szállítása, tárolása**

A mintát minél hamarabb a vizsgáló helyre kell szállítani. A mintavétel és a mintafeldolgozás megkezdése közötti időnek lehetőség szerint minél rövidebbnek kell lennie, de nem haladhatja meg a 24 órát. Amennyiben erre nincs lehetőség, akkor a mintát átmenetileg 0 °C közeli hőmérsékleten hűtőszekrényben tároljuk.

A növényminták mosása nehezen oldható meg és sok elemnél kimosódást okoz. A talaj és a porszennyezések a bemérésnél, illetve a meghatározásnál befolyásolhatják a vizsgálati eredményeket, ezért a mechanikai szennyezések elkerülése célszerű. Ne szedjünk eső után sáros, nedves mintát és a mintavételt lehetőleg a növényvédelmi és egyéb permetezéseket megelőzően végezzük. Nagy eső, esőztető öntözés után 2 napig nem szabad mintát venni. Ha nem lehet elkerülni, úgy a jegyzőkönyvben meg kell jegyezni, hogy hány mm csapadék volt a területen az elmúlt 24 órán belül.

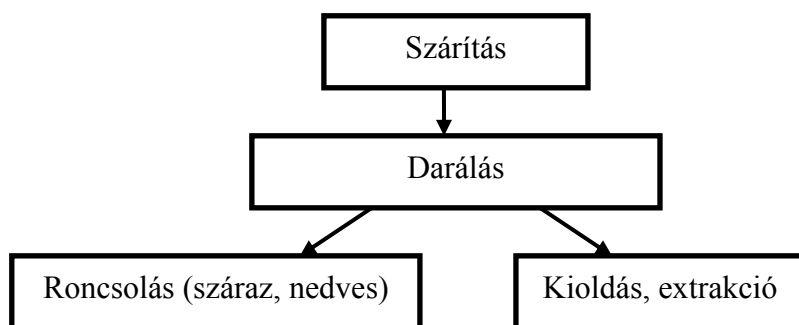
A megvett minták csomagolásánál, szállításánál a minták keveredését, keresztiszennyezését el kell kerülni. A mintatartó a szállítás során nem sérülhet meg. Laboratóriumba csak mintaazonosítóval ellátott minta szállítható be. A szállítás és a tárolás során a mintákat hőtől és fénytől óvni kell. A mintavételre, szállításra, tárolásra vonatkozó körülmények jelentősen függenek a vizsgálandó paramétereiktől, érdemes tehát kikérni szakember, illetve a vizsgáló laboratórium véleményét.

### **Növényi minták előkészítése az analízishez:**

A növényi minták előkészítése, mérési formára hozása hosszadalmas, időigényes feladat, aminek a lépéseit a vizsgálat célja határozza meg alapvetően (2. ábra). Más minta-előkészítést kell alkalmazni ha pl. növényi hormonokat vizsgálunk, mást ha illó olajokat és megint mást ha a minta összes elem-tartalmát kívánjuk meghatározni.

### **Minta-előkészítés lépései**





2. ábra: A minta-előkészítés lépései

A növényi minták előkészítésének első lépése a szárítás, melynek célja a légszáraz növényi minta előállítása. A kapott légszáraz növényi mintát finomra őröljük, majd 105°C-on súlyállandóságig szárítjuk (ha a 105°C-os szárítás nem okoz anyagvesztést). A megőrölt és megszáritott mintát a vizsgálni kívánt komponens sajátosságaitól függően vagy roncsoljuk, vagy a vizsgálni kívánt komponenst belőle kioldjuk, extraháljuk.

A roncsolás drasztikus, destruktív módszer a szöveteket, sejteket roncsoló eljárás. A roncsolásnak két típusát különböztetjük meg attól függően, hogy termikusan vagy valamilyen savval, saveleggyel esetleg lúggal végezzük.

#### A) Roncsolás nedves úton

A növényi anyagot általában tömény savval, saveleggyel vagy oxidálószerrel kiegészített eleggyel roncsoljuk. A leggyakrabban használt savak:  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{HClO}_4$ ,  $\text{HCl}$ . Oxidálószerként leggyakrabban hidrogén-peroxidot ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) használunk.

A roncsolás hatásfokát növelhetjük a forralás hőmérsékletének emelésével, vagy katalizátorok alkalmazásával. Katalizátorként ma leggyakrabban  $\text{Hg}$ -t,  $\text{Se}$ -t, vagy  $\text{CuSO}_4$ -ot alkalmaznak.

#### B) Roncsolás száraz úton

A növényi anyagokat 450–550 °C-on izzítókemencében hamvasztjuk mindaddig, míg a szerves anyagok teljes mértékben oxidálódnak. A szénrészecskék könnyebb oxidációját  $\text{HNO}_3$ -val való megcseppentéssel segítjük elő. A hamuban az izzítás hőmérsékletén nem illékony, ún. hamualkotórészek (fém-oxidok és termikusan stabil szervesetlen sók) maradnak vissza. A növényi hamut híg savval ( $\text{HCl}$ ,  $\text{HNO}_3$ ) visszük oldatba.

#### C) Kioldás, extrakció

A módszer célja, hogy a meghatározandó komponenst kioldjuk a szilárd mintából, úgy hogy maradéktalanul a kivonatba kerüljön, az esetleges zavaró komponensektől elváljon, esetlegesen az új fázisban dúsuljon.

A módszer lényege, hogy a megszáritott, aprított, homogenizált növénymintából a minta teljes elroncsolása nélkül a vizsgálni kívánt komponenst/eket kioldjuk. Az aprítás, őrlés során minél kisebb részecskeméretet érünk el, annál gyorsabb és hatékonyabb lesz a kivonás művelete, az extrakció. A megfelelő kivonó-, oldószer ugyanis a finomra őrölt minta sérült sejtjeiből kioldja az extrahálendő komponenseket, míg a sértetlen sejtekből a koncentráció-gradiens hatására a komponensek kidiffundálnak a sejtekből, mindaddig, míg a koncentrációkülönbség fennáll. Az oldódás gyors, a diffúzió lassú művelet. A koncentráció kiegyenlítődését eredményező extrakciónál általában friss kivonószerezrel többször ismételni kell a műveletet a megfelelő hatékonyság elérése érdekében. Frakcionált kivonásnál, a kivonást egymás után több, különböző sajátosságú (pl. polaritású) oldószerrel szokták végezni, hogy ezzel bizonyos szintű frakcionálást érjenek el.

Egy-egy szilárd/folyadék extrakció során általában több ezer komponens kivonása történik meg a növényi részekből, melyek számát különböző tisztítási műveletekkel csökkentjük, hogy lehetőleg szelektív legyen azon vegyülettípusokra, amelyeket elemezni kívánunk.

## Mérési lehetőségek

A kémiai analitikai eljárások során alkalmazott mérési elveket két nagy kategóriába sorolhatjuk. A klasszikus analízis során műszerek nélkül, kémiai reakciók (sav–bázis, red–oxi, csapadék– vagy komplexképződés) segítségével határozzuk meg a vizsgálni kívánt komponenseket. Az azonosítás sokszor emberi érzékszervekkel, szubjektív módon történik. Az idetartozó módszerek előnye, hogy komoly technikai háttérrel, műszerezettséget nem igényelnek, gyakran tömeg– (gravimetria) vagy térfogatmérésen (volumetria) alapulnak ezért abszolút módszerek.

Hátrányuk, hogy lassúak, nehézkesek, nem szelektívek, kimutatási határuk sok esetben nem megfelelő.

A másik nagy és folyamatosan fejlődő, terjedő terület a műszeres analitika. Itt a vizsgálandó anyag fizikai, fizikai–kémiai vagy kémiai tulajdonságát mérjük. A mért sajátság alapján idetartoznak az optikai, mágneses, elektromos, termikus, radiokémiai stb. módszerek. Ezek a módszerek gyorsabbak, szelektívebbek, reprodukálhatóbbak, kisebb kimutatási határral rendelkeznek.

Ezek a módszerek azonban nem abszolút módszerek, mert nem közvetlenül a vizsgált komponens mennyiségét, hanem egy ezzel kapcsolatban lévő fizikai, fizikai–kémiai, kémiai paramétert mérnek. Éppen ezért egy módszer csak akkor használható mennyiségi vizsgálatra, ha jól leírható és egyértelmű kapcsolat van a mért sajátság és a komponens mennyisége között. Ezt a kapcsolatot valamilyen összefüggés, egyenlet írja le. Ennek alapján a mért sajátság és a koncentráció között összefüggést kell teremteni, amit kalibrációnak neveznek.

### 1.3. Kertészmérnöki, mezőgazdasági mérnöki, növénytermesztő mérnöki BSc szakoknak:

#### Összes nitrogéntartalom meghatározása Kjeldahl szerint

Johan Kjeldahl saját módszerét elsőként 1883-ban, a Dán Kémiai Társaság összeajvetelén mutatta be. Azóta a Kjeldahl-módszerként világszerte ismert módszert az idők során többször finomították, de a mai napig széles körben alkalmazzák például hús, takarmány, szennyvíz, talaj és egyéb mintákon.

A Kjeldahl-módszer szerves és szervetlen anyagok nitrogéntartalmának meghatározására alkalmas technika. A módszer elve, hogy a minta összes nitrogéntartalmát úgy határozzuk meg, hogy a mintát kénsavval elroncsoljuk, így a mintában lévő összes nitrogénformát vízdoldható  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ -tá alakítjuk, melyből lúggal felszabadítjuk az ammóniát, amelynek mennyiségét híg bórsavban elnyelethe sav-bázis titrálással határozzunk meg.

A módszer alapvetően három fő lépésre osztható:

##### 1) Roncsolás

A növényi minta nitrogéntartalmú vegyületeinek tömény savval történő lebontása. Végrehajtása úgy történik, hogy a homogén mintát tömény kénsavban forralják. E lépés eredményeképpen a nitrogéntartalmú vegyületekből ammónium-szulfát keletkezik:

szerves N +  $\text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O} + \text{CO}_2$  + a mintából származó egyéb mátrixalkotók

A roncsolást a kénsav forráspontján (338 °C) végezzük. A minta széntartalma szén-dioxidá, hidrogéntartalma vízzé, nitrogéntartalma ammónium-szulfáttá alakul. A folyamat lassú, így katalizátorokkal (szelén,  $\text{CuSO}_4$ ) vagy oxidálószer ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) hozzáadásával gyorsítható.

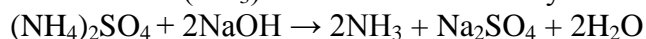
A roncsolást hosszúnyakú Kjeldahl-lombikban végezzük, melynél a hosszított nyaki rész visszafolyó hűtőként funkcionál és megakadályozza a kénsav távozását. A roncsolást mindig elszívó berendezéssel ellátott vegyifülke alatt végezzük bekapcsolt elszívó berendezés mellett. A roncsolást addig végezzük, míg az oldat színtelenné nem válik (körülményektől függően: 0,5 – 8 óra).

##### 2) Desztilláció

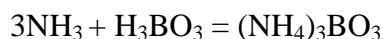
A vizsgálathoz speciális ún. vízgőz-desztillációt használunk. Ez az illékony, hőre könnyen bomló anyagok szétválasztásának egyik lehetősége. A desztilláció során forró vízgőzt vezetünk az oldatba, ami a desztillálandó folyadék viszonylag kis gőznyomásához hozzáadódik, így alacsonyabb hőmérsékleten az anyag hőbomlása előtt kialakul az 1 bar (légtörny nyomás) együttes nyomás.

A savas roncsolat főlegesen lúg oldatot (30%-os NaOH) adunk, ezáltal az abban megtalálható ammónium-ion, illékony (gáz halmazállapotú) ammóniává alakul, melyet Wagner-Parnas féle desztilláló készülékben (3. ábra), vízgőz-desztillációval eltávolítunk az oldatból és kondenzációt követően elnyelethejük egy másik edényben található ún. fogadó oldatban.

Az ammónia ( $\text{NH}_3$ ) felszabadulásának folyamata:



Amennyiben az ammóniát elnyelethe oldat bórsav ( $20 \text{ cm}^3$  2%-os  $\text{H}_3\text{BO}_3$ ), a kémiai reakció az alábbiak szerint alakul:



A bórsav megköti a keletkező ammónia gázt és ammónium-borátot képez. Ahogy növekszik az ammónia mennyisége a fogadó oldat színe megváltozik. A bórsav oldat kezdetben

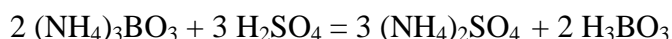
borvörös a benne lévő brómkrezolzöld–metilvörös keverék indikátortól, majd az ammónia bevezetés hatására megzöldül. A bevezetést addig kell folytatni, amíg az oldat teljes térfogata zöld nem lesz majd még azt követően kb. 2 percig.

*A desztilláló készülék működési elvét a gyakorlatvezető ismerteti a gyakorlat során.*

*Nem szabad elfelejteni a kondenzálóberendezés vízzel történő átöblítését, mielőtt újabb desztillációt végzünk, vagy a desztillálás végeztével az szétszerelésre kerül.*

### 3) Titrálás

A titrálást híg kénsavoldattal végezzük. A titrálási lépésben meghatározzuk a fogadó oldatban elnyelődött ammónia mennyiségét a titráláskor fogyott híg (1/140 mólos) kénsav mennyiségéből az alábbiak szerint:



#### A meghatározás menete:

a.) Roncsolás, törzsoldat készítés

1 g kiszárított és megőrölt növényi anyagot Kjeldahl lombikba mérünk és hozzáadunk 10 cm<sup>3</sup> cc. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-at, ezt követően egy éjszakán állni hagyjuk. Másnap 10 cm<sup>3</sup> 30 %-os H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-dal egészítjük ki és gázlágon fülke alatt forraljuk. A forralást addig folytatjuk, míg a lombik tartalma elszíntelenedik, majd összerázzuk és ha szükséges az oldatot szűrjük.

**Az a. feladatrész a tanszéken előkészítésre kerül, a hallgatóknak nem kell a roncsolást elvégezniük, csak a roncsolatot 100 cm<sup>3</sup>-re feltölteni desztillált vízzel.**

b.) Desztillálás

A meghatározáshoz Erlenmeyer lombikba (szedőlombikba) 20 cm<sup>3</sup> 2 %-os bórsav-oldatot pipetázunk, mely brómkrezolzöld–metilvörös keverékindikátort tartalmaz. A desztillálókészülékbe 10 cm<sup>3</sup> törzsoldatot pipetázunk, mérőhenger segítségével 20 cm<sup>3</sup> 30 %-os NaOH-ot adunk hozzá, majd desztillálunk. A desztillálás menetét és a készülék kezelését az elméleti alapokban ismertettük.

c.) Titrálás

A desztillálás befejeztével a szedőlombik tartalmát 1/140 mólos H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-val megcitráljuk. Az ammónia hatására megzöldült oldatot az eredeti színre titráljuk vissza. A mérőoldat fogyásából számítjuk ki a növényi minta összes N-tartalmát. Három párhuzamos mérés átlagából számolunk.

Határozza meg és számítsa ki a növényi roncsolat összes N-tartalmát!

Ebben az esetben:

1 cm<sup>3</sup> 1/140 mólos H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,2 mg N-nek felel meg!  
figyelembe venni.

A számolásnál ezt kell



1. **vízgőzáram szabályozó kar**  
(ha felfelé áll beáramlik a vízgőz, ha lefelé akkor el van zárva a vízgőzáram. Egyszerre mindkét kar nem lehet lezárva.)
2. **desztilláló hüvely**  
(Itt szabadul fel az ammónia)
3. **vízszintjelző**  
(jelzi, hogy a hátsó víztartályban van-e elegendő víz)
4. **hűtő**
5. **folyadék-levezető cső**  
(a desztilláló hüvelyben maradt folyadékot ezen keresztül eresztjük le)
6. **szedőlombik**
7. **billenthető lombiktartó**

3. ábra: Laboratóriumi vízgőz–desztillációs (Wagner–Parnas) készülék

**1. melléklet**

**N–tartalom mérésén alapuló fehérje–meghatározási módszerek**

A nitrogéntartalomból – különböző közelítő szorzótényezők alkalmazásával – következtetni lehet a minta fehérjetartalmára is. Az ily módon mért fehérjetartalmat nevezik nyersfehérje–tartalomnak.

A módszer azon a megfigyelésen alapul, hogy a fehérjék legtöbbször, az azokat alkotó elemek közül a nitrogén aránya viszonylag állandó, értéke 16% körül mozog. Ezek alapján, a mért nitrogéntartalomból egy szorzófaktor segítségével meghatározható a fehérje mennyisége. A N–tartalom meghatározás során kapott értékben a fehérjéből származó nitrogén mellett egyéb forrásból származó nitrogén is lehet, az így kapott fehérjetartalom csak a mérési módszer (és a szorzófaktor) ismeretében vethető össze más eredményekkel. Az ily módon mért fehérjetartalmat nevezik nyersfehérje–tartalomnak. A nitrogén a fehérjékben átlagosan ~16%-ban fordul elő, így ez a faktor általánosságban:  $6,25$  ( $100/16 = 6,25$ ). A növényi eredetű fehérjékben (és a zselatinban) azonban ez az arány nagyobb, vagyis ezek esetében kisebb faktor alkalmazandó.

Napjainkban számos élelmiszercsoportra specifikusan meghatározott szorzófaktor létezik (1. táblázat).

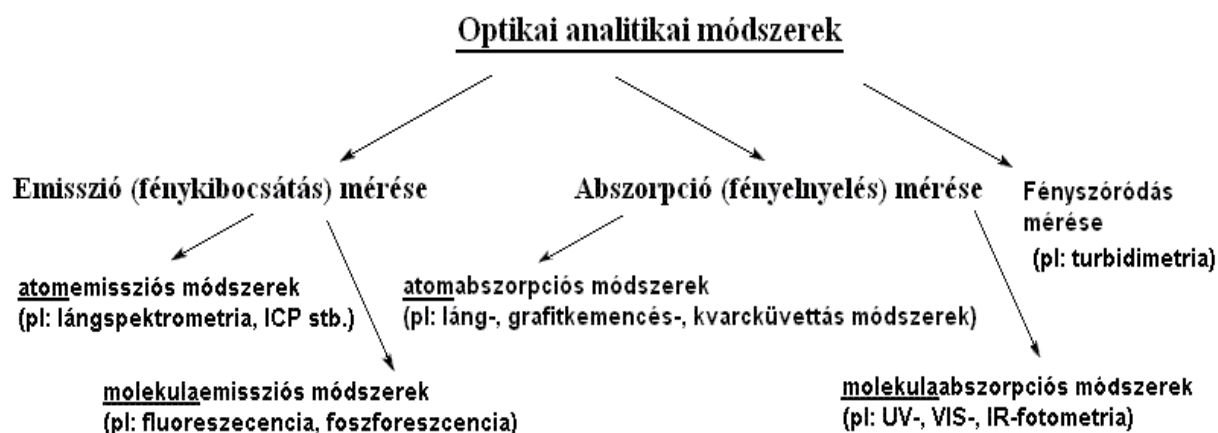
1. táblázat: Élelmiszer termékek nitrogén/fehérje szorzófaktorai (FAO/WHO 1973)

élelmiszer	szorzófaktor	élelmiszer	szorzófaktor
<i>növényi eredetű termékek</i>		<i>állati eredetű termékek</i>	
búza		hús és hal	6,25
egész	5,83	zselatin	5,55
korpa	6,31	tej és tejtermékek	6,38
		kazein	6,40
rizs és rizsliszt	5,95	anyatej	6,37
rozs és rozsliszt	5,83		
árpa és árpaliszt	5,83	egész tojás	6,25
zab	5,83	albumin	6,32
Kukorica, bab	6,25		
szója	5,71		

Megjegyzendő azonban, hogy még az egyes élelmiszercsoportokra specifikusan alkalmazott szorzófaktorok esetén is, a N-tartalom mérésén alapuló módszerekkel kapott fehérjetartalmak csak közelítő értékek. Ugyanakkor amennyiben a szorzófaktorok alkalmazása egységes, az így kapott eredmények összevethetők.

## 2. gyakorlat

### 2.1. Az optikai analitikai módszerek felosztása



#### A molekula-abszorpciós spektrofotometria

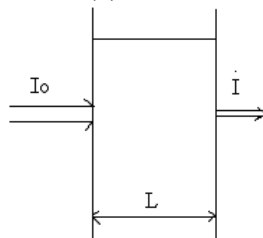
Az optikai analitikai módszerek az anyag és az elektromágneses sugárzás (fény) kölcsönhatásának mérésén alapulnak. Ha az anyag fényt nyel el, **abszorpciós**, ha fényt bocsát ki, **emissziós módszerekről** beszélünk.

A **molekula abszorpciós spektrofotometriában** egy anyag vizes oldatára fényt bocsátunk, amikor is az oldott anyag **molekulái**, minőségüktől függően nyelnek el az összetett fényből valamilyen hullámhossztartományban (pl: UV, látható tartományban) fényt.

Az, hogy milyen hullámhossztartományban van az elnyelés, az elnyelő részecske anyagi minőségétől függ, a fényelnyelés mértékéből pedig annak koncentrációjára lehet következtetni.

A folyadékok fényelnyelésének és a koncentrációjának az összefüggését a BOUGUER–LAMBERT–BEER törvény írja le.

Ha egy párhuzamos lapokkal határolt ( $L$  vastagságú) homogén rendszerre (lehet oldat, mely oldott molekulákat tartalmaz, vagy lehet gáz) merőlegesen  $I_0$  intenzitású fényt bocsátunk, a fény egy része a közegen áthaladva elnyelődik, így csökkent fényintenzitással ( $I$ ) hagyja el a közeget (4. ábra). A fény intenzitáscsökkenése arányos a fény közegben megtett útjával (rétegvastagság,  $L$ ), és a koncentrációval ( $c$ ).



4. ábra Oldattartó kűvetta

A fényelnyelés törvénye:

$$\lg \frac{I_0}{I} = A = \alpha \cdot c \cdot L$$

ahol az

$I_0$ = belépő fény intenzitása,

$I$ = kilépő, átengedett fény intenzitása,

$A$ = fényelnyelés (abszorbancia),

$\alpha$ = abszorpciós koefficiens, anyagi minőségre jellemző állandó,

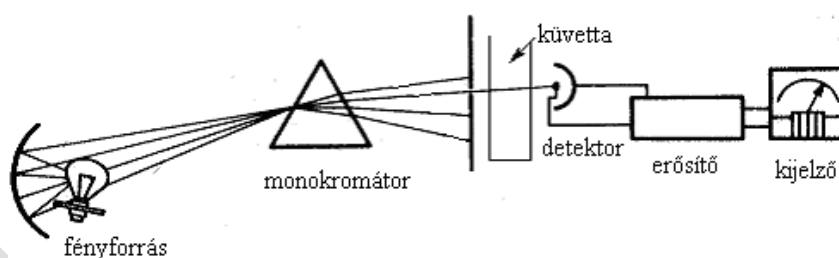
$c$ = koncentráció,

$L$ = fény által a közegben megtett úthossz, amely a mérés során nem változik

Ha a mérés során (azonos minőségű anyag esetén) az átvilágított réteg vastagságát ( $L$ ) nem változtatjuk, a fényelnyelés csak a koncentrációtól függ. Az összefüggés alapján egy ismeretlen anyag fényelnyelését ( $A$ ) mérve következtethetünk annak koncentrációjára ( $c$ ).

A fényelnyelés, abszorbancia méréséhez napjainkban **spektrofotométert** (5. ábra) használunk.

#### A spektrofotométer felépítése



5. ábra A spektrofotométer általános felépítése

A **fényforrás** általában egy halogénlámpa, amellyel folytonos sugárzást lehet előállítani.

A folytonos, összetett fény a monokromátoron halad keresztül.

A **monokromátor** feladata a fény felbontása és a megfelelő hullámhosszúságú sugárzás (egy szűk hullámhossz-tartomány) kiválasztása, amelynél a mintának elnyelési maximuma van. A monokromátor tehát csak a beállított, szűk hullámhosszát enged át, a fény többi részét kiszűri. A monokromatikus fény előállítása történhet színszűrővel (fotométerek), prizmával, optikai ráccsal, interferenciaszűrővel (spektrofotométerek).

A monokromatikus fény a kilépő rész után a kűvetán halad keresztül.

A **kűvetta** igen tiszta üvegből készült mintatartó edény, amelyben a fényút pontosan adott. A kűvettaiba töltjük a mérendő oldatot. A kűvettaiban történik a fényabszorpció, vagyis a kűvetán áthaladó monokromatikus fény az elnyelő molekulák koncentrációjának arányában elnyelődik, így csökkent intenzitású fény lép ki és halad a detektor felé.

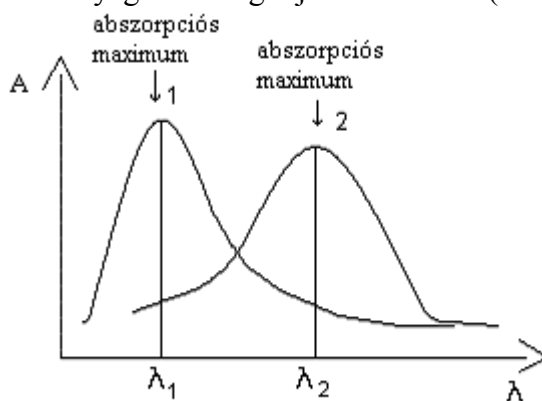
**A detektor feladata**, hogy az érkező fényt egy azzal arányos elektromos jellé alakítsa. Detektorként alkalmazhatunk pl: fényelemet, fotocellát, fotoelektron–sokszorozót.

A detektorról érkező gyenge elektromos jelet **erősítő** segítségével növeljük, majd a **kijelzőn** jelenítjük meg.

A spektrofotometriás mérésnél a monokromátort arra a hullámhosszra kell állítani, melynél az anyagnak fényelnyelési maximuma van, ugyanis a mérés érzékenysége, pontossága itt a legnagyobb.

Az abszorpciós maximum (fényelnyelési maximum) megállapítása a következőképpen történik:

Ha az anyagra folytonos színekű sugárzást bocsátunk és a fényelnyelést a besugárzó fény hullámhosszának a függvényében ábrázoljuk, akkor az ún. abszorpciós spektrumhoz jutunk. Ebből megállapíthatjuk azt a hullámhosszértéket, ahol az anyagnak fényelnyelési maximuma van. Az elnyelési maximum anyagi minőségre jellemző érték (6. ábra).



6. ábra Egy kétkomponensű oldat abszorpciós spektruma

### Színeképzés

A színes anyagok elnyelési maximuma a látható tartományban (400–800nm) van. Ezeknél az anyagoknál az el nem nyelődött, kiegészítő színt látjuk. Ha pl. valamely anyag sárga színű, akkor az összetett, fehér fényből a kékét nyeli el, így a szemünkkel a sárga színt látjuk. A kék a sárga kiegészítő színe.

A növény táplálás szempontjából fontos tápanyagok ionjainak ( $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ ,  $\text{BO}_3^{3-}$ ) vizes oldatai színtelenek, így ezek közvetlen spektrofotometriás mérése nem lehetséges. Ugyanakkor szinte mindegyikhez található olyan reagens (pl: kromotrópsav, ammónium–molibdenát–vanadát, Azomethin–H) amellyel reagáltatva színes komplexet képeznek és így már mérhető az abszorpciójuk.

A komplexképzésnél mindig biztosítanunk kell, hogy a színeképző anyag feleslegben legyen és csak a mérendő anyaggal reagáljon, valamint a színeképzés körülményei, pl: pH megfelelőek legyenek. Ha a komplexképzést bizonyos, a mintában lévő anyagok zavarják, ezek zavaró hatását meg kell szüntetni. A zavaró anyagok hatásának megszüntetését **maszkírozásnak**, a használt szereket pedig maszkírozószereknek hívjuk.

### Kalibráció

Az ismeretlen anyag koncentrációját ún. kalibrációs oldatsorozat segítségével állapíthatjuk meg. A kalibrációs oldatsorozat (standard oldatsorozat) a mérendő anyagunkat növekvő, ismert koncentrációban tartalmazza ( $c_{\text{vak}}$ ,  $c_1$ ,  $c_2$ ,  $c_3$ ,  $c_4$ ).

A sorozat első tagja a vak oldat, amely a mérendő anyagunkat nem tartalmazza, viszont benne van minden egyéb más alkotó, ami a sorozat többi tagjában is.

A kalibrációs oldatsorozat mérésekor minden ismert koncentrációhoz egy a spektrofotométer kijelzőjéről leolvasott abszorbancia-érték tartozik. Az ismeretlen koncentrációjú ( $c_x$ ) mintánkhoz is tartozik egy mért abszorbanciaérték ( $A_x$ ).

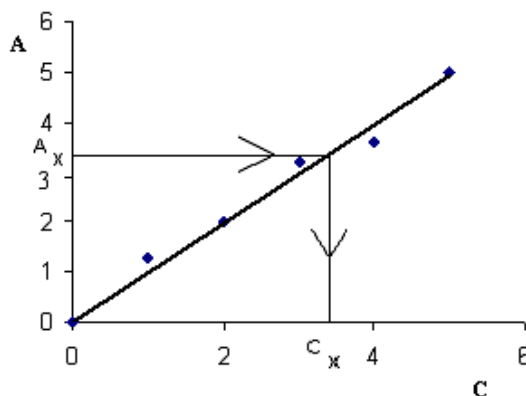


Koncentráció (c)	Mért fényelnyelés (A)
$c_{\text{vak}}$	$A_{\text{vak}}$
$c_1$	$A_1$
$c_2$	$A_2$
$c_3$	$A_3$
$c_4$	$A_4$
$c_x$	$A_x$

Az abszorbancia értékeket a koncentráció függvényében ábrázoljuk. Ezután a mérési pontokra az origóból kiinduló egyenest illesztünk.

*(Figyelem! Nem a mérési pontokat kötjük össze, hanem egyenest illesztünk, mely minden ponthoz lehető legközelebb esik (7. ábra).)*

Az ismeretlen koncentrációjú oldat fényelnyelését, az ún.  $A_x$  értéket megjelöljük az y tengelyen. Ebben a magasságban párhuzamos egyenest húzunk az x tengellyel és azt a pontot ahol ez az egyenes a kalibrációs egyenest metszi, levetítjük az x tengelyre. Így megkapjuk az ismeretlen anyag koncentrációját ( $c_x$ ).



7. ábra Ismeretlen koncentráció leolvasása a mérőgörbéről

## 2.2. Növényi minta foszfor-tartalmának meghatározása

### A meghatározás elve:

A meghatározás azon alapszik, hogy a növény összes foszfor-tartalmát a mintaelőkészítés során  $\text{PO}_4^{3-}$ -ionná alakítjuk. A  $\text{PO}_4^{3-}$ -ionból savas közegben ammónium-molibdenát-vanadát reagenssel sárga színű komplex molekulát hozunk létre, melynek a fényelnyelését *spektrofotométerrel* mérjük. A fényelnyelés mértékéből következtethetünk az ismeretlen oldat  $\text{PO}_4^{3-}$  koncentrációjára, ill. a növény foszfor-tartalmára.

### Mintaelőkészítés:

A növényi szárazanyag 1g-ját nedves roncsolással készítjük elő (részletes ismertetés az 1. gyakorlat leírásánál).

*A hallgatók a növényi roncsolatot készen kapják!*

A roncsolatot egy 100 cm<sup>3</sup>-es mérőlombikban jelre töltjük, így készítjük el a törzsoldatot. A törzsoldat a növény összes foszfor-tartalmát már  $\text{PO}_4^{3-}$  ionként tartalmazza.

### Színképzés:

A törzsoldatból 2 cm<sup>3</sup>-t Erlenmeyer-lombikba mérünk. Ioncserélt vízből (a vak oldat elkészítéséhez), valamint a standard oldatokból 2–2 cm<sup>3</sup>-t szintén Erlenmeyer-lombikba pipetázunk. A foszfor mennyiségi meghatározásához 0,01 mg P/2cm<sup>3</sup> – 0,25 mg P/2cm<sup>3</sup> koncentrációtartományú standard oldatokat használunk.

Minden Erlenmeyer–lombikba (a növényi roncsolathoz, az inocserélt vízhez, a standard oldatokhoz)  $25\text{ cm}^3$  kénsavas ammónium–molibdenát–vanadát komplexképző reagenst pipettázunk. Az oldatokat óvatosan elegyítjük, majd a teljes szín kialakulásáig 20 percig állni hagyjuk.

#### A spektrofotometriás mérés:

A várakozási idő letelte után a képződött sárga színű vegyületet 366 nm hullámhosszon mérjük.

- Kapcsoljuk be a spektrofotométert, majd kellő melegedés után válasszuk ki, állítsuk be a kívánt hullámhosszat (366 nm).
- A küvettába először a vakoldatot öntsük, majd nullázzuk a készüléket, vagyis állítsuk be a nulla koncentrációhoz tartozó nulla abszorpciót.

(Fontos, hogy a küvettát legalább a 2/3 részéig öntsük fel folyadékkal, majd a spektrofotométerbe helyezése előtt tiszta puha törülkövel alaposan töröljük át, hogy a falára tapadt szennyeződések, melyek szintén fényintenzitás csökkenést okozhatnak, eltávolítsuk!)

- Ezután a növekvő, ismert koncentrációjú kalibrációs sor mérése, abszorbanciájának meghatározása következik.

(A küvettába egymás után sorba töltjük az emelkedő koncentrációjú kalibrációs oldatsorozat tagjait és megmérjük az egyes oldatok abszorbanciáját. Fontos, hogy az oldatok között a soron következővel mindig alapos öblítést végezzünk!)

- A kalibrációs oldatsorozat leérése után a meghatározandó mintákat is sorban megmérjük, abszorpciójukat lejegyezzük.

#### A foszfor–tartalom kiszámítása:

A mérést követően milliméterpapíron vagy számítógép segítségével (pl: Excel program) megszerkesztjük a kalibrációs egyenest, majd segítségével megállapítjuk az ismeretlen oldatok koncentrációját.

A növényi kivonat  $\text{PO}_4^{3-}$  koncentrációjának, a roncsoláshoz bemért növényi szárazanyag tömegének, valamint a mintaelőkészítés során elvégzett hígítások ismeretében a növény foszfor–tartalma az alábbiak szerint számítható:

$$P\% = \text{leolvasott érték (P mg/2 cm}^3\text{)} \cdot 5$$

### 2.3. Növényi minta nitrát–tartalmának meghatározása

#### A meghatározás elve:

A meghatározás azon alapszik, hogy a növényi szövetekben szerves formában jelenlevő (a szerves vegyületekbe be nem épült)  $\text{NO}_3^-$ –tartalmat vizes oldattal vonjuk ki, majd a  $\text{NO}_3^-$ –ionból erősen savas közegben kromotrópsav reagens hozzáadásával sárga színű komplex molekulát képezünk. A komplexnek 410 nm hullámhosszon van a fényelnyelési maximuma. Ezen a hullámhosszon *spektrofotométerrel* mérve a fényelnyelést, következtethetünk az ismeretlen oldat  $\text{NO}_3^-$  koncentrációjára, ill. a növény nitrát–tartalmára.

#### Mintaelőkészítés:

A  $\text{NO}_3^-$  a növény szerves anyagaiba be nem épült, szerves ionként található meg a növényi szövetekben. A nitrát vízben jól oldódik, így a növény mintaelőkészítése során **nem kell a mintát roncsolni**, hanem a növényi szárazanyagból vizes oldattal ki kell oldani. A mintaelőkészítés célja, hogy egy olyan vizes kivonatot kapjunk, mely átlátszó, színtelen és nem tartalmaz zavaró komponenseket.

A vizes kioldással egyidejűleg azonban több, a meghatározást zavaró komponens is kioldódik, amelyeket a mintaelőkészítés folyamán el kell távolítani.

– Kioldódnak pl: a kis molekulatömegű fehérjék, melyek opalizálják a vizes oldatot. Ezek eltávolítására a vizes kioldásnál  $\text{CuSO}_4$  oldatot használunk, mely a fehérjéket irreverzibilisen kicsapja az oldatból és így azok már szűréssel eltávolíthatóak.

– A  $\text{CuSO}_4$  a kék színe miatt zavaró hatású, így ennek megszüntetésére (valamint az oldat szűrhetőségének javítása érdekében)  $\text{Ca}(\text{OH})_2\text{--MgCO}_3$  reagenst adagolunk, mely a  $\text{Cu}^{2+}$ –ionokkal  $\text{Cu}(\text{OH})_2\text{--CuCO}_3$  csapadékot képez, így ez kiszűrhető.

– A vizes kivonással szintén kioldódik a klorofill, melynek zavaró színét aktív szén hozzáadásával szüntethetjük meg. Az aktív szén felületén megköti a színyanyagot, majd szintén kiszűrhető az oldatból.

– Ugyancsak kioldódnak olyan anyagok is, amelyek bár nem láthatóak, jelenlétük zavarja a további meghatározást. Ilyen zavaró anyagok a  $\text{Cl}^-$ -ion, valamint az oxidáló anyagok. Előbbi maszkírozására antimon–szulfátot, utóbbiakra szulfít–karbamid oldatot adagolunk.

Ha a növényi minta vizes kivonása közben a meghatározást zavaró tényezőket mind kiküszöböljük, a kivonást követő szűrés után egy színtelen, átlátszó oldatot kapunk, mely tartalmazza a víz által kioldott  $\text{NO}_3^-$ -iont.

Hasonlóan a foszfát-ionhoz, a  $\text{NO}_3^-$  is színtelen, így mennyiségének molekula abszorpciós spektrofotometriás módszerrel történő meghatározása csak úgy lehetséges, ha színes komplex molekulává alakítjuk. A komplexképző anyag a kromotrópsav. A kromotrópsav erősen savas közegben a  $\text{NO}_3^-$  ionnal kb. 1 óra alatt sárga színű stabil komplex molekulát képez. Az erősen savas közeget tömény kénsav hozzáadásával biztosítjuk.

*(Figyelem, a tömény kénsavval, valamint kénsavas kromotrópsavval fokozott körültekintéssel bánjunk!)*

A várakozási idő letelte után a sárga vegyületet 410 nm hullámhosszon mérjük.

A nitrát vizes kioldása, a zavaró anyagok eltávolítása és a színes komplex molekula kialakítása:

0,1 g szárított és darált növényi anyagot kémcsőbe mérünk. Hozzáadunk 10 ml 2 %-os  $\text{CuSO}_4$ -oldatot és 0,05 g aktív szenet. Gumidugóval bedugjuk a lombikot és 15 percig rázatjuk, majd 1 g  $\text{Ca}(\text{OH})_2\text{--MgCO}_3$  reagenst adunk a szuszpenzióhoz. Alaposan összerázzuk és 20 percig állni hagyjuk az anyagot. Állás után szűrjük. A szűrletnek színtelennek kell lennie. Amennyiben nem színtelen, megismételjük az aktív szén és  $\text{Ca}(\text{OH})_2\text{--MgCO}_3$ -os kezelést. A növényi kivonatból Erlenmeyer–lombikba kimérünk 2  $\text{cm}^3$ -t.

Ioncserélt vízből (a vak oldat elkészítéséhez), valamint a standard oldatokból 2–2  $\text{cm}^3$ -t szintén Erlenmeyer–lombikba pipetázunk. Az ismeretlen minta  $\text{NO}_3\text{--N}$  meghatározásához 0,5  $\mu\text{g NO}_3\text{--N/cm}^3$  – 20  $\mu\text{g NO}_3\text{--N/cm}^3$  koncentrációtartományú kalibrációs oldatsorozatot használunk.

A növényi kivonatokhoz, az ioncserélt vízhez (vak oldat), valamint a kalibrációs oldatsorozat minden tagjához a következő sorrendben az alábbi anyagokat adagoljuk.

***Figyelem! Nagyon fontos az alábbi sorrend és a leírás pontos követése!!***

- Minden lombikba cseppentünk 1 csepp szulfít–karbamid oldatot.
- Vízcsap alatt lehűtjük a lombikok tartalmát, majd 2  $\text{cm}^3$  antimon–szulfát oldatot adagolunk bele.
- Minden lombikot jól összekeverve, 4 percig állni hagyunk.
- 1  $\text{cm}^3$  kénsavas kromotrópsavat mérünk az oldatokhoz és ismét alaposan vízcsap alatt lehűtjük (kb. 3 perc) azokat.
- Folyadékadagoló segítségével 5  $\text{cm}^3$  cc.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  –et adagolunk a lombikokba és alaposan összekeverjük az oldatokat.
- A sárga színű komplex 1 óra alatt alakul ki.

A spektrofotometriás mérés:

A képződött sárga színű vegyületet 1 órai várakozás után 410 nm hullámhosszon mérjük. A monokromátor hullámhosszának megfelelő beállítása után először vak oldatra nullázzuk a készüléket, majd lemérjük a standardsor, ill. a növényi kivonat/ok abszorbanciáját is.

#### A nitrát-tartalom kiszámítása:

A mérést követően szerkesszük meg a kalibrációs egyenest, majd állapítsuk meg az ismeretlen növényi kivonat  $\text{NO}_3^-$ -N koncentrációját ( $\mu\text{g}/\text{cm}^3$ ).

A növényi kivonat  $\text{NO}_3^-$ -N koncentrációjának, a bemért növényi szárazanyag tömegének, valamint a mintaelőkészítés során elvégzett hígítások ismeretében a növény  $\text{NO}_3^-$ -N-tartalma az alábbiak szerint számítható:

$$\text{NO}_3^- \text{-N } \% = \text{leolvasott érték (NO}_3^- \text{-N } \mu\text{g}/\text{cm}^3) \cdot 0,01$$

### **3. gyakorlat**

#### **3.1. Növényi minta bór-tartalmának meghatározása**

##### A meghatározás elve:

A meghatározás molekula abszorpciós spektrofotometriás módszerrel történik (leírás 2. gyakorlat) és azon alapszik, hogy a növény B-tartalmát a mintaelőkészítés során  $\text{BO}_3^{3-}$  ionokká alakítjuk, majd a  $\text{BO}_3^{3-}$  ionokból (pH=4,8 értéknél) Azomethin-H reagenssel sárga színű komplex molekulát képezünk, aminek fényelnyelését *spektrofotométerrel* mérjük. A fényelnyelés mértékéből következtethetünk az ismeretlen oldat  $\text{BO}_3^{3-}$  koncentrációjára, ill. a növény bór-tartalmára. A meghatározást a  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Al}^{3+}$ , és a  $\text{Cu}^{2+}$  ionok zavarják, így ezeket EDTA oldattal maszkírozni kell.

##### Mintaelőkészítés

A meghatározáshoz a növényi mintát száraz hamvasztással készítjük elő. 1g megőrölt, homogenizált és kiszáritott növényi anyagot izzítótégelybe mérünk, amit izzítókemencébe helyezünk és a kemence hőmérsékletét lépcsőzetesen 450 °C-ra emeljük. A lépcsőzetes hőmérséklet-emelésnek az a célja, hogy a növény minta lángra lobbanását és az ebből adódó veszteségeket elkerüljük. A hamvasztás befejezése után a növényi hamura 5 cm<sup>3</sup> 1M HCl oldatot mérünk és a mintát 4 órán át állni hagyjuk. Ez idő alatt a hamuban levő bór-tartalmat a sav kioldja. Ezután az oldatot ioncserélt vízzel egy 50 cm<sup>3</sup> térfogatú mérőlombikba szűrjük, jelre töltjük.

##### Színképzés:

A törzsoldatból 10 cm<sup>3</sup>-t Erlenmeyer-lombikba pipetázunk. Ioncserélt vízből (a vak oldat elkészítéséhez), valamint a standard oldatokból 10–10 cm<sup>3</sup>-t szintén Erlenmeyer-lombikba pipetázunk. A bór-koncentráció meghatározáshoz 0,1 – 2,0  $\mu\text{g B}/\text{cm}^3$  tartományú kalibrációs oldatsorozatot használunk.

A növényi oldathoz, az ioncserélt vízhez, valamint a standard oldatsorozat minden tagjához az alábbi oldatokat mérjük:

- 1,5 cm<sup>3</sup> ammónium-acetát-ecetsav, EDTA oldat,
- 1 cm<sup>3</sup> Azomethin-H oldat.

Az ammónium-acetát-ecetsav pufferoldattal a megfelelő (pH=4,8) pH értéket állítjuk be. Ezen a pH értéken az Azomethin-H-val nemcsak a bórát, hanem a  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Al}^{3+}$ , és a  $\text{Cu}^{2+}$  ionok is komplexet képeznek, így a mérést zavarják. Ezen zavaró ionok kiküszöbölésére adjuk hozzá az oldatokhoz az EDTA komplexképzőt, mely ezen a pH-n stabil komplexet képez a zavaró fémionokkal, így már csak a bórát anion képezhet komplexet az Azomethin H-val. A komplexképződés 2 óra alatt játszódik le.

##### A spektrofotometriás mérés:

A képződött sárga színű vegyületet 2 órai várakozás után, 415 nm hullámhosszúságú fénnel mérjük.

A monokromátor hullámhosszának megfelelő beállítása után először vak oldatra nullázzuk a készüléket, majd lemérjük a standardsor tagjainak, ill. a növényi kivonatok abszorbanciáját is.

#### A börtartalom kiszámítása:

A mérést követően milliméterpapíron, ill számítógép segítségével megszerkesztjük a kalibrációs egyenest, majd segítségével megállapítjuk az ismeretlen oldatok koncentrációját ( $\mu\text{g}/\text{cm}^3$ ).

A hamvasztáshoz bemért növényi szárazanyag tömegének, valamint a mintaelőkészítés során elvégzett higítás ismeretében a növény börtartalma az alábbiak szerint számítható:

$$B \text{ (mg/kg)} = B \text{ (}\mu\text{g/cm}^3\text{)} \cdot 50$$

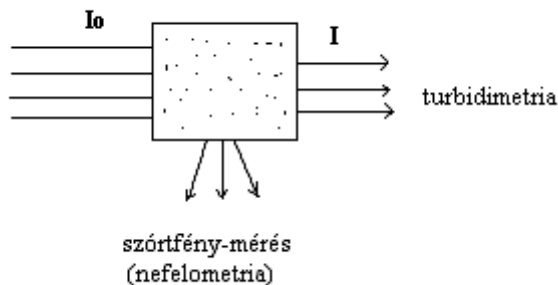
### 3.2. Növényi minta kén–tartalmának meghatározása

#### A meghatározás elve:

A meghatározás azon alapszik, hogy a növény S–tartalmát a mintaelőkészítés során ( $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2$  roncsolás)  $\text{SO}_4^{2-}$ -á alakítjuk, majd a  $\text{SO}_4^{2-}$  ionokból  $\text{BaCl}_2$  oldattal kolloid csapadékot képzünk. A képződött kolloidállapotú  $\text{BaSO}_4$  csapadék mennyiségét *turbidimetriásan* (zavarosságmérés) határozzuk meg.

#### Turbidimetria

Ha egy kolloid oldatot fénnel világítunk meg, a kolloid részecskéken fényszóródás következik be (A kolloid oldatokban a részecskeméret 1–500 nm között van). A fényszóródás következtében az oldaton áthaladó fény intenzitása csökken. A kolloid részecskéken szóródó fény következtében a beeső fény irányától eltérően is fellép a fénysugárzás.



8. ábra A turbidimetria és nefelometria elve

A **nefelometriás** mérések során az oldat által szórt fény intenzitását, a **turbidimetriás** méréseknél pedig az oldaton áthaladó fény intenzitás csökkenését, tehát látszólagos abszorbanciáját (turbiditását) mérjük (8. ábra).

A kolloid oldat által szórt fény intenzitása RAYLEIGH szerint több tényező függvénye.

A szórt fény intenzitása függ pl:

- ✓ a megvilágító fény intenzitásától,
- ✓ a megvilágító fény hullámhosszának negyedik hatványával fordítottan arányos,
- ✓ függ a térfogategységben szuszpendált részecskék számától,
- ✓ valamint a részecskék sugarának hatodik hatványától.

Mivel a szórt fény intenzitása a részecske sugarának hatodik hatványával arányos, reprodukálható eredményeket csak akkor kapunk, ha biztosítani tudjuk a részecskeméret állandóságát. Ennek érdekében az oldathoz kolloidstabilizáló anyagot adagolunk, amely megakadályozza az egyes részecskék összetapadását.

A szórt fény intenzitása fordítottan arányos a megvilágító fény hullámhosszának negyedik hatványával. Ez azt jelenti, hogy a kolloid részecskék a kis hullámhosszúságú fényt szórják a

legjobban. A turbidimetriás mérésekhez célszerű ezért minél kisebb (400–500 nm-es) hullámhosszúságú fényt használni. A pontos mérés megvalósításához az is fontos, hogy a kiválasztott hullámhosszon az oldatunknak ne legyen valódi fényelnyelése.

A leírt effektussal magyarázható az is, hogy alkonyatkor a Nap vörösnek látszik. A Nap folytonos spektrumú fényéből a levegőben szálló kolloid méretű porszemek és folyadékcseppek a nagy hullámhosszúságú vörös fényt szórják legkisebb mértékben. Ugyanez az oka, hogy a közlekedésben is a vörös fényt használják helyzetjelzésre, illetve tiltásra.

A szórt fény intenzitása a részecskeszámától is függ, így ez alapján van lehetőségünk arra, hogy a pszeudoabszorbancia mérésével következtethessünk a koncentrációra.

A pszeudoabszorbancia (turbiditás) mérését spektrofotométerrel végezzük. Ha a küvettában lévő kolloid oldatot  $I_0$  intenzitású fénnel világítjuk meg, a kolloid részecskék koncentrációjával arányosan a fény egy része szóródik, így a küvettát egy kisebb intenzitású (I) fény hagyja el. A turbiditás mértékét az abszorbanciával analóg módon kapjuk:

$$\tau = \lg \frac{I_0}{I} = a \cdot c \cdot L$$

(ahol  $\tau$  = turbiditás, látszólagos abszorbancia,  $a$  = anyagi minőségre jellemző állandó)

Turbidimetriás módszerrel eredményesen mérhető a szulfát-ion koncentrációja, ha a szulfát-ionokat bárium-kloriddal lecsapva bárium-szulfát kolloid csapadékot képezünk.

#### **Mintaelőkészítés:**

1 g kiszárított és megőrölt növényi anyagot Kjeldahl-lombikba mérünk. Hozzáadunk 10 cm<sup>3</sup> cc.HNO<sub>3</sub>-at, s egy éjszakán át állni hagyjuk. Másnap 10 cm<sup>3</sup> 30 %-os hidrogén-peroxiddal egészítjük ki és gázlángon fülke alatt forraljuk. A forralást addig folytatjuk, míg a lombik tartalma elszíntelenedik. A roncsolás befejezése után a lombik tartalmát lehűtjük, 100 cm<sup>3</sup>-es mérőlombikba mossuk, majd ioncserélt vízzel jelre töltjük. Az így elkészített növényi törzsoldat a növény összes kén tartalmát SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>-ion formában tartalmazza.

#### **A kolloid oldat kialakítása:**

A törzsoldatból 10 cm<sup>3</sup>-t Erlenmeyer-lombikba mérünk. Ioncserélt vízből (a vak oldat elkészítéséhez), valamint a kalibráló oldatsorozatból 10–10 cm<sup>3</sup>-t Erlenmeyer-lombikba pipetázunk. A koncentráció meghatározásához 5–30 µg S/cm<sup>3</sup> koncentrációtartományba eső hitelesítő oldatokat használunk.

A növényi oldathoz, valamint a kalibrációs oldatsorozathoz 2 cm<sup>3</sup> 10 %-os BaCl<sub>2</sub> reagenst adunk, amely Tween tartalmaz (2 g/100 cm<sup>3</sup>). A Tween kolloidstabilizáló szer, amely a képződött bárium-szulfát csapadék kiülepedését meggátolja. Szintén kolloidstabilizáló szerként 1 cm<sup>3</sup> sósavas hidroxil-amint (NH<sub>2</sub>OH · HCl) is adagolunk minden lombikba.

Az így elkészített oldatokat 1 órát állni hagyjuk, majd spektrofotométerrel, 400 nm hullámhosszúságú fénnel mérjük az oldatok pszeudoabszorbanciáját.

#### **A turbidimetriás mérés:**

A spektrofotométer monokromátorának hullámhosszát 400 nm értékre állítjuk. Először vak oldatra nullázzuk a készüléket, majd lemérjük a standardsor, ill. a növényi kivonat pszeudoabszorbanciáját is.

#### **A kén tartalom kiszámítása:**

A mérést követően szerkesszük meg a kalibrációs egyenest, majd állapítsuk meg az ismeretlen növényi kivonat koncentrációját (µg/cm<sup>3</sup>).

A növényi kivonat S-tartalmának, a roncsoláshoz bemért szárazanyag tömegének, valamint a mintaelőkészítés során elvégzett hígítás ismeretében a növényi kén tartalma az alábbiak szerint számítható:

$$S \% = S \text{ µg/cm}^3 \cdot 0,01$$

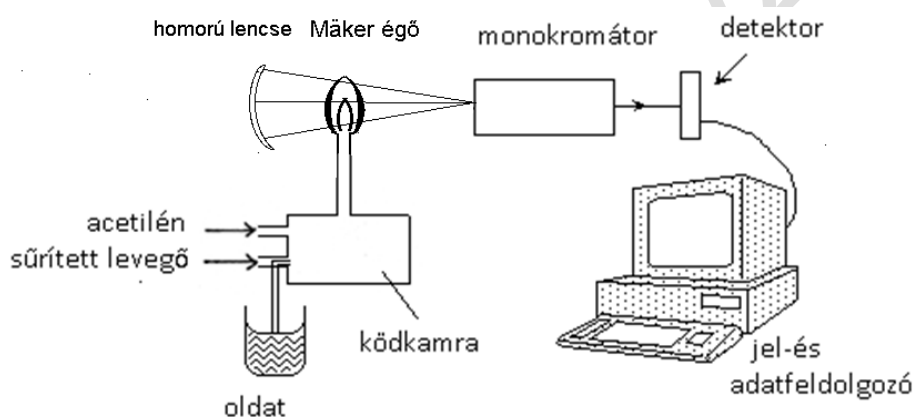
## 4. gyakorlat

### 4.1. Növénytípus kálium-tartalmának meghatározása

#### A meghatározás elve:

A növényi minta káliumtartalmát *emissziós lángfotometriával* határozzuk meg. A növényi mintából készített roncsolatot elporlasztva és egy magas hőmérsékletű gáz-lángba juttatva az atomok termikusan disszociálódnak, így az oldatból szabad, gázállapotú atomok keletkeznek. A lángban a könnyen gerjeszthető atomok (alkálifém és alkáli földfém) hőenergiát elnyelve gerjesztődnek, majd a gerjesztett állapot megszűnésekor az energiát fény formájában bocsájtják ki. A kibocsájtott fény hullámhossza – mivel az az atom elektronszerkezetétől függ – anyagi minőségre jellemző, míg a fény intenzitása (erőssége) a gerjesztett atomok koncentrációjával, így a vizsgált oldat koncentrációjával arányos.

#### Az emissziós lángfotométer működése, részei:



9. ábra A lángemissziós készülék felépítése

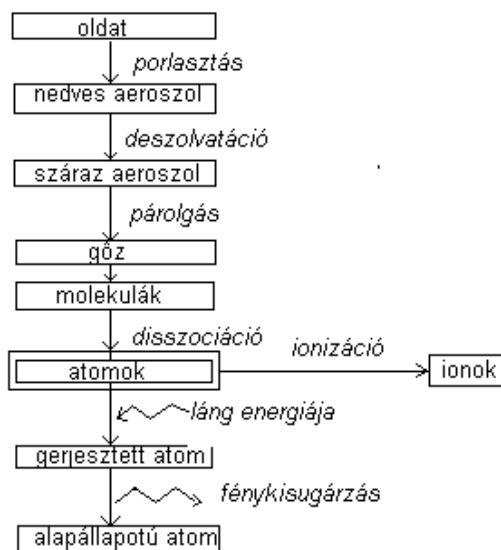
A lángfotométer (9. ábra) az alkálifémek (földfémek) mérésére szolgáló atomemissziós spektrométer. Az alkálifém atomok (kálium, nátrium) viszonylag alacsony hőmérsékleten gerjeszthetők, így a levegő–acetilén gázelegy segítségével létrehozott láng hőmérséklete ( $\sim 2300\text{ C}^\circ$ ) elegendő a gerjesztésükhöz.

A növényből készített roncsolatot (oldatot) porlasztó segítségével juttatjuk a lángba. A porlasztó kapillárisán keresztül a levegő segítségével felszívott minta a ködkamrába áramlik, ahol apró cseppekké diszpergálódik, majd itt keveredik el az éghető gázzal, az acetilénnel. Az ú.n. nedves aeroszol (a minta apró cseppei és a levegő és acetilén keverék) ezután a lángba kerül.

*A láng szerepe, lángbeli folyamatok:*

A lángot egy henger alakú égőfejbe, az ún. Mäker égőbe vezetett éghető, (acetilén) és égést tápláló (levegő) gázelegy meggyújtásával hozzuk létre. Az égőfej a jellegzetes kiképzése folytán kúp alakú lángot állít elő.

A lángba érkező nedves aeroszol a következő folyamatokban alakul át:

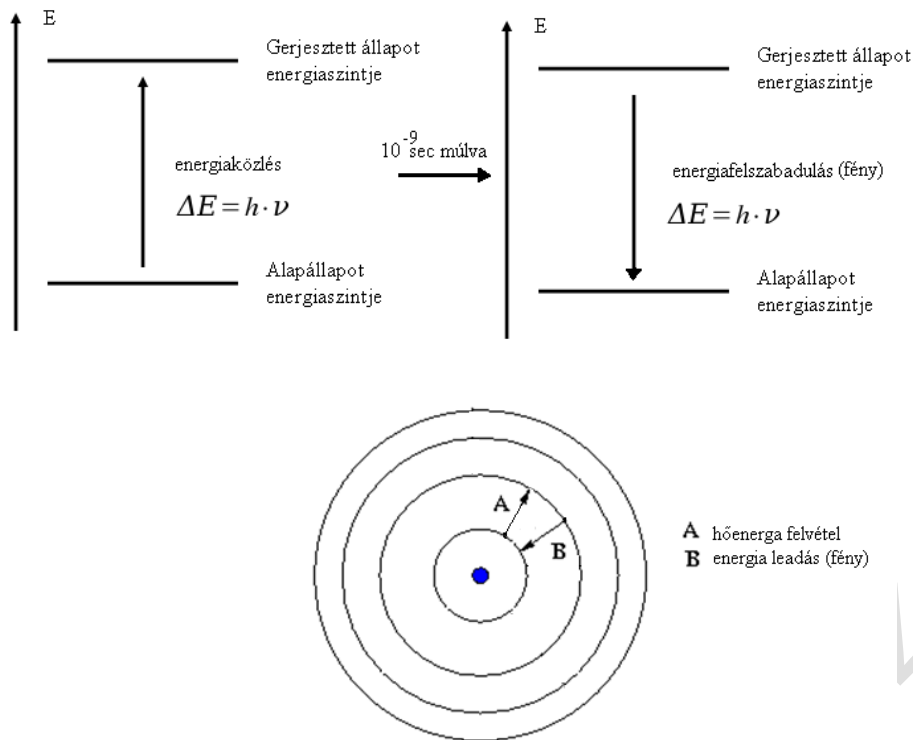


10. ábra A lángban lejátszódó folyamatok

- A nedves aeroszol cseppek bepárlódnak, az oldószer elpárolog, a nedves aeroszol száraz aeroszollá alakul.
- Az oldott anyag kikristályosodik, megolvad, majd molekuláris formában elpárolog.
- A molekulák a hőenergia hatására semleges atomokká disszociálnak.
- A könnyen gerjeszthető szabad atomok (pl. kálium, nátrium) a hő hatására gerjesztődnek, majd fényemisszióval egyidejűleg alapállapotba kerülnek vissza.

A gáz állapotú szabad atomok alapállapotában az elektronok a lehető legkisebb energiájú atompályákat foglalják el. A láng hőenergiájának elnyelése következtében az alapállapotú atom gerjesztődik, azaz legalább egy elektronja egy magasabb energiaszintű pályára ugrik. Az atom ebben a gerjesztett állapotban igen rövid ideig ( $10^{-9}$  másodpercig) tartózkodik, majd az elektronja visszaugrik az alappályára. Eközben az atom fény formájában sugározza ki a két állapot közötti „ $\Delta E$ ” energiakülönbséget. A kisugárzást emisszióknak nevezzük.





11. ábra A gerjesztés és a gerjesztett állapot megszűnésének energiadiagramja

A lángnak **kettős szerepe** van: egyrészt gázállapotú, szabad atomokká alakítja a növényi roncsolatban, oldatban lévő elemeket: **atomizál**, ill. ezeket a gázállapotú, szabad atomokat: **gerjeszti**.

A gerjesztett atom által kisugárzott fény hullámhossza a gerjesztett és az alapállapot energiakülönbségétől ( $\Delta E$ ) függ.

$$\Delta E = E_g - E_a = h \cdot \nu = h \cdot c / \lambda$$

$E_a$ : pályaenergia alapállapotban

$E_g$ : pályaenergia gerjesztett állapotban

$h$ : Planck állandó

$\nu$ : az emittált fény frekvenciája

$c$ : a fény sebessége

$\lambda$ : az emittált fény hullámhossza

A  $\Delta E$  energiakülönbség anyagi minőségre jellemző, így az emittált fény frekvenciájából, hullámhosszából anyagi minőségre, az emittált fény intenzitásából, vagyis a kisugárzott fény erősségéből az adott elem mennyiségére, koncentrációjára következtethetünk.

A mennyiségi elemzés alapját tehát az adott hullámhosszon kibocsátott fény intenzitása és a vizsgált oldat koncentrációja közötti összefüggés adja.

*Optikai rész, monokromátor, detektor, erősítő, kijelző szerepe:*

A lángban az atomok által emittált fénysugarakat többnyire egy homorú tükör és egy kondenzorlencse a monokromátoron (színszűrőn) keresztül a detektorra fókuszálja. A monokromátor feladata, hogy kiszűrje a zavaró fényeket, mint pl. a láng fényét, ill. egyéb, meghatározni nem kívánt a lángban emittált sugarakat, mint pl. a növényi mintában jelenlevő, a lángban atomizálódó, majd fényt emittáló nátrium atomok fényét. A monokromátort úgy kell beállítani, hogy a vizsgálni kívánt elemre jellemző hullámhosszat engedje csak át a detektorra. A detektor egy fotoelektromos jelátalakító (fényelem, fotocella, fotoelektronsokszorozó), ami a fényt egy azzal arányos elektromos jellé alakítja. Az elektromos jelet egy erősítővel felerősítjük, végül a jel egy kijelzőn jelenik meg.

#### **A növényi minta K meghatározásának menete, mintaelőkészítés:**

A növényi mintát  $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ -on tömegállandóságig szárítjuk, majd 0,5g szárazanyagot  $\text{H}_2\text{SO}_4$ - $\text{H}_2\text{O}_2$  eleggyel elroncsolunk. A roncsolatot lombikba téve  $50\text{ cm}^3$  törzsoldatot készítünk úgy, hogy a lombikot ioncserélt vízzel jelre töltjük.

Az így kapott oldat tömény a méréshez, ezért hígítani kell. A törzsoldatból  $2\text{ cm}^3$ -t kimérünk egy  $100\text{ cm}^3$ -es mérőlombikba és ioncserélt vízzel jelre töltjük.

#### **Standard oldatok készítése:**

A standard oldatok ismert koncentrációjú oldatok, melyek a vizsgálandó anyagot növekvő koncentrációban tartalmazzák. A standard oldat első tagja nem tartalmazza a mérendő elemet (vakoldat).

A megfelelő standard oldatokat készen kapják a hallgatók. A méréshez általában  $0,5 - 20\text{ K mg/dm}^3$  koncentrációtartományú hitelesítő oldatokat használunk.

#### **A mérés menete:**

– A levegő–acetilén gázkeverék arányának megfelelő beállítása után begyújtjuk a lángot. Ellenőrizzük és szükség szerint korrigáljuk a gázkeverék megfelelő nyomását, összetételét, hiszen fontos a megfelelő lánghőmérséklet beállítása.

– Legelőször a vakoldatot porlasztjuk a lángba, beállítjuk a kijelző nullpontját.

– A fényintenzitás és az oldatkoncentráció közötti összefüggést a kalibrációs egyenes segítségével határozhatjuk meg. Ennek érdekében ismert, egyre növekvő koncentrációjú kalibráló oldatsorozatot porlasztunk a lángba, mérjük a fényintenzitást, azaz a kijelzőn leolvassuk a megfelelő emissziós értékeket.

– Az összehasonlító oldatok mérése után a megfelelően hígított növényi oldatot is a lángba porlasztjuk és leolvassuk a műszer kitérését.

### A kálium-tartalom kiszámítása:

A mérést követően milliméterpapíron megszerkesztjük a kalibrációs egyenest (azaz a mérési pontokra az origóból kiinduló egyenest illesztünk), majd segítségével megállapítjuk az ismeretlen oldat(ok) koncentrációját.

A növényi kivonat (oldat) kálium-tartalmának, a roncsoláshoz bemért növényi szárazanyag tömegének, valamint a mintaelőkészítés során elvégzett hígítás ismeretében a növény K-tartalma az alábbiak szerint számítható:

$$K\% = \text{leolvasott érték (K mg/cm}^3\text{)} \cdot 0,5$$

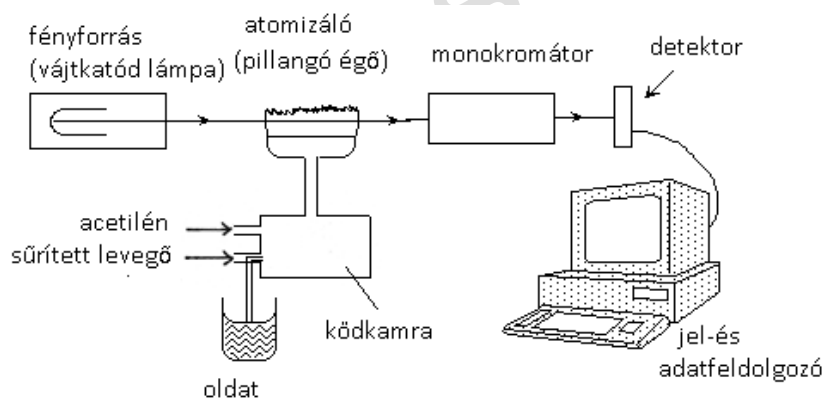
## 4.2. Növény minta Ca-, Mg-, Fe-, Mn-, Zn- és Cu-tartalmának meghatározása

### A meghatározás elve:

A növényi minták kalcium-, magnézium-, vas-, mangán-, cink- és réztartalmát *atomabszorpciós spektrometriás (AAS)* úton határozhatjuk meg. A növényi mintából készített roncsolatot egy magas hőmérsékletű gáz-lángba porlasztva az termikusan disszociálódik, így az oldatból a lángban gázállapotú atomok keletkeznek. Ha a lángon a mérendő elemre jellemző hullámhosszúságú/energiájú fényt bocsátunk át, a lángban keletkező atomok a fény egy részét koncentrációjuk függvényében elnyelik. A fényelnyelés nagysága arányos a lángban képződő szabad atomok koncentrációjával és így az oldat koncentrációjával is.

### Az atomabszorpciós spektrofotométer működése, részei:

Az atomabszorpciós spektrofotométer (12. ábra) a nehezen gerjeszthető fémek, mint pl: kalcium, magnézium, vas, mangán cink, réz, stb. mérésére szolgáló műszer.



12. ábra A lángatomabszorpciós készülék felépítése

A növényből készített vizes oldatot, roncsolatot porlasztó segítségével aeroszollá alakítva juttatjuk a lángba. A porlasztó kapillárisán keresztül a levegő segítségével felszívott minta a ködkamrába áramlik, ahol apró cseppekké diszpergálódik, majd itt keveredik el az éghető gázzal, az acetilénnel. Az ún. nedves aeroszol (a minta apró cseppjei és a levegő és acetilén keverék) ezután a lángba kerül.

### A láng szerepe, lángbeli folyamatok:

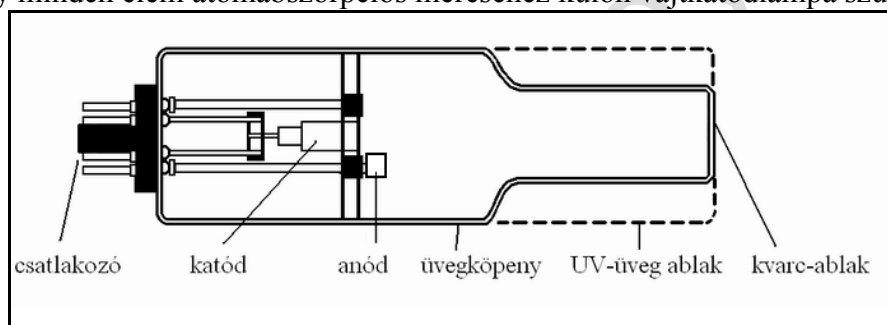
A lángot egy ún. pillangóégőbe vezetett éghető, (acetilén) és égést tápláló (levegő) gázelegy meggyújtásával hozzuk létre. Az égőfej a jellegzetes kiképzése miatt hosszú, keskeny lángot állít elő. A hosszú és keskeny égőfej alkalmazása azért előnyös, mert ezáltal növeljük a

szabad atomok fénycsugárban való tartózkodásának idejét (másképpen: a Lambert–Beer törvény egyenletében az  $L$  optikai úthosszat növeljük).

A lángba érkező nedves aeroszorból –a lángfotométernél leírtakhoz hasonló folyamatok szerint– száraz aeroszolon keresztül szabad, gáz állapotú atomok keletkeznek.

A láng szerepe az atomabszorpciós mérés technika esetében csak az **atomizálás**, hiszen a láng energiája nem elegendő ezen atomok további gerjesztéséhez. Az atomabszorpciós mérés technika alkalmazásakor szükség van egy olyan fényforrásra, mely a mérendő elemre jellemző hullámhosszúságú fényt állít elő. Ezt a fényforrást vájtkatód lámpának (13. ábra) nevezzük.

A vájtkatódlámpa olyan üreges katódot tartalmaz, amely anyaga az a fém (vagy annak egy vegyületével van bevonva), amit mérni akarunk. A csökkentett nyomású nemesgázzal töltött üvegbúrában elhelyezkedő anódkör és katód közé néhány száz voltot kapcsolnak. Az izzó katódból (– töltésű) kilépő elektronok gerjesztik, majd ionizálják a nemesgázatomokat, amelyek pozitív töltésűvé válva a katódhoz vonzódnak. A katódra csapódó nemesgáz ionok a katódból fématomokat löknek ki, amelyek a töltött nemesgáz részecskéikkel való ütközés révén gerjesztődnek és fényt emittálnak. Ez az emittált fénycsugárzás a katód anyagára lesz jellemző, vagyis alkalmas arra, hogy azzal specifikusan a mérendő elem atomjait (melyek a katód anyagával megegyeznek) gerjesszük, abszorpciót idézzünk elő. Természetesen ez azt is jelenti, hogy minden elem atomabszorpciós méréséhez külön vájtkatódlámpa szükséges.



13. ábra A vájtkatódlámpa felépítése

A vájtkatódlámpa fénye a lángon halad keresztül, ahol az ott lévő szabad atomok a fény egy részét elnyelik, vagyis a lángban történik **atomok fényabszorpciója**. Az atomok fényabszorpciója és koncentrációja közötti összefüggést a Lambert–Beer törvény írja le.

Lambert–Beer törvény:  $\lg \frac{I_0}{I} = A = \alpha \cdot c \cdot L$

Ahol:  $I_0$  = belépő fény intenzitása,

$I$  = kilépő, átengedett fény intenzitása,

$A$  = fényelnyelés (abszorbancia),

$\alpha$  = abszorpciós koefficiens, anyagi minőségre jellemző állandó,

$c$  = koncentráció,

$L$  = fény által a közegben megtett úthossz, amely a mérés során nem változik

A vájtkatód lámpa lángon keresztülhaladó –az atomok abszorpciója következtében csökkent intenzitású– fénye egy monokromátoron halad keresztül, aminek feladata, hogy csak az adott elemre jellemző hullámhosszúságú fényt engedje tovább, az egyéb zavaró fényeket szűrje ki. A monokromátor optikai szűrése azért szükséges, mert a láng saját színnel is (kékes vagy sárgás) rendelkezik és a minta egyéb, a lángban gerjesztődő komponenseinek (pl: alkáli fémek) zavaró spektrumvonalait/sávjaikat is ki kell szűrni.

A monokromátorból kilépő fény a fotoelektron–sokszorozón (detektoron) halad keresztül, mely a fényt egy azzal arányos elektromos jellé alakítja.

Az AAS spektrométerek ún. háttérkorrekciós rendszerrel is el vannak látva azért, hogy a specifikus és a nem specifikus (szerves molekulák, koromszemcsék, stb. okozta) abszorpciót is el lehessen különíteni.

Az atomabszorpciós módszer alapvetően *monoelemes* (egyszerre egyetlen elemet mérni képes technika), amiatt, hogy a vájtkatódlámpát elemenként cserélnünk kell, vagyis mindig az aktuális lámpát kell a láng elé helyezni. Ezen módszerrel a periódusos rendszer elemeinek mintegy kétharmada meghatározható, amennyiben az ehhez szükséges megfelelő vájtkatódlámpákkal rendelkezünk. A módszer kimutatási határai alacsonyak, tipikusan 0,1–0,01 mg/dm<sup>3</sup> körüliek.

#### **A növényi Ca-, Mg-, Fe-, Mn-, Zn-, Cu-tartalom meghatározásának menete:**

A légszáraz növényi mintát finomra őröljük, majd 105°C-on súlyállandóságig szárítjuk. Az atomabszorpciós mérés során száraz és nedves úton egyaránt előkészíthetjük a mintát.

#### **Roncsolás nedves úton:**

A növényi szárazanyag 0,5 g -jához cc.HNO<sub>3</sub> -at adunk adunk. A roncsolás hatásfokát hidrogén-peroxid hozzáadásával növeljük. Az elegyet forraljuk, míg átlátszó oldatot nem kapunk. Katalizátorként leggyakrabban Hg-t, Se-t, vagy CuSO<sub>4</sub>-ot alkalmaznak. A roncsolatot lombikba téve 50 cm<sup>3</sup> törzsoldatot készítünk úgy, hogy a lombikot ioncserélt vízzel jelre töltjük.

#### **Roncsolás száraz úton:**

A növényi szárazanyag 0,5 g-ját 450–550 °C-on izzítókemencében hamvasztjuk mindaddig, míg a szerves anyagok teljes mértékben oxidálódnak. A szénrészecskék könnyebb oxidációját HNO<sub>3</sub>-val való megcseppentéssel segítjük elő. A hamuban az izzítás hőmérsékletén nem illékony alkotórészek maradnak vissza. A növényi hamut híg savval (HCl, HNO<sub>3</sub>) visszük oldatba. Az oldott hamut lombikba téve 50 cm<sup>3</sup> törzsoldatot készítünk úgy, hogy a lombikot ioncserélt vízzel jelre töltjük.

A növényi roncsolatból készített törzsoldatból közvetlenül mérhető a növény **Fe-, Mn-, Zn-, Cu-tartalma.**

A **Ca és a Mg mérése** a törzsoldat megfelelő hígításával, ill. a zavaró ionok hatásának kiküszöbölésével történik. A zavaró két- vagy többértékű anionok, pl. szulfát-, foszfát-ionok hatását stroncium-klorid hozzáadásával előzhetjük meg. A szulfát- és foszfát ionok a kalcium és magnézium ionokkal ugyanis termotabil vegyületeket képeznek a lángban, így a kalcium és magnézium nem tud atomizálódni. Ez a mérési eredményeket pontatlanná teszi, így a nagy feleslegben adagolt stroncium-klorid biztosítja azt, hogy a lángban nem képződnek ezek a vegyületek.

A növényi anyag Ca-tartalmának meghatározása általában a törzsoldat 10-szeres hígítású oldatából végezhető el. Ehhez 5 cm<sup>3</sup> törzsoldatot 5 cm<sup>3</sup> sósavas stroncium-klorid oldatot 50 cm<sup>3</sup>-es mérőlombikba mérünk és ioncserélt vízzel töltjük.

A növényi anyag Mg-tartalmának meghatározása általában a törzsoldat 100-szoros hígítású oldatából végezhető el. Ehhez 1 cm<sup>3</sup> törzsoldatot 10 cm<sup>3</sup> sósavas stroncium-klorid oldatot 100 cm<sup>3</sup>-es mérőlombikba mérünk és ioncserélt vízzel jelre töltjük.

#### **Standard oldatok készítése:**

A standard oldatok ismert koncentrációjú oldatok, melyek a vizsgálandó anyagot növekvő koncentrációban tartalmazzák. A standard oldat első tagja nem tartalmazza a mérendő elemet (vakoldat).

A megfelelő standard oldatokat készen kapják a hallgatók. A meghatározni kívánt elemtől függően általában az alábbi hitelesítő oldatokat használjuk:

Ca: 2,5–25 mg/dm<sup>3</sup>; Mg: 0,1–2 mg/dm<sup>3</sup>; Fe: 10–500 mg/dm<sup>3</sup>; Mn: 0,5–20 mg/dm<sup>3</sup>; Zn: 0,1–10 mg/dm<sup>3</sup>; Cu: 0,1–2 mg/dm<sup>3</sup>

#### **A mérés menete:**

Mérés előtt kiválasztjuk és a láng elé állítjuk a mérendő elem vájtatód lámpáját, majd feszültséget kapcsolva a lámpára hagyjuk azt melegedni. A monokromátort beállítjuk a vizsgálandó elemre jellemző hullámhosszra. Begyűjtjük a lángot, beállítjuk az acetilén, levegő megfelelő arányát. A vak oldatra lenullázzuk a műszert és lemérjük a standard sorozat tagjainak abszorbanciáját növekvő sorrendben. Ezután lemérjük az ismeretlen minták abszorbanciáját is.

#### **A kalcium-, magnézium-, mangán-, cink-, és vas-tartalom kiszámítása:**

A mérést követően milliméterpapíron megszerkesztjük a kalibrációs egyenest (azaz a mérési pontokra az origóból kiinduló egyenest illesztünk), majd segítségével megállapítjuk az ismeretlen oldat(ok) koncentrációját.

A növényi kivonat elemtartalmának, a roncsoláshoz bemért növényi szárazanyag tömegének, valamint a mintaelőkészítés során elvégzett hígítások ismeretében a növény Ca-, Mg-, Mn-, Zn- és Fe- tartalma az alábbiak szerint számítható:

$$\text{Ca \%} = \text{Ca oldatkonzentráció (mg/ cm}^3\text{)} \cdot 0,1$$

$$\text{Mg \%} = \text{Mg oldatkonzentráció (mg/ cm}^3\text{)} \cdot 1$$

$$\text{Mn (mg/kg)} = \text{Mn oldatkonzentráció (mg/ cm}^3\text{)} \cdot 100$$

$$\text{Zn (mg/kg)} = \text{Zn oldatkonzentráció (mg/ cm}^3\text{)} \cdot 100$$

$$\text{Fe (mg/kg)} = \text{Fe oldatkonzentráció (mg/ cm}^3\text{)} \cdot 100$$

## **5. gyakorlat**

### **5.1. A nitrogén-, foszfor- kálium- és összetett műtrágyák minőségi vizsgálata**

A műtrágyák a tápelemek pótlására alkalmas anyagok, melyeket a természetben előforduló nyersanyagokból állítanak elő kémiai szintézissel vagy átalakítással.

A műtrágyákat több szempont alapján csoportosíthatjuk. Egyik ilyen szempont a tápanyagtartalom szerinti csoportosítás. E szerint megkülönböztetünk egy tápelemet tartalmazó, ún. egyszerű műtrágyákat, ill. több tápelemet tartalmazó összetett és kevert műtrágyákat.

Az összetett műtrágyákat kémiai úton állítják elő, míg a kevert műtrágyákat fizikai úton, egyszerű és összetett műtrágyák keverésével készítik.

A minőségi vizsgálatokat mindig megelőzi a megfelelő mintavétel, mely igen fontos művelet, hiszen csak akkor kapunk helyes információt a műtrágya egészéről, ha a vizsgált minta jellemzői az adott műtrágya teljes mennyiségére igazak.

#### **Mintavétel:**

##### *1. Folyamatos mintavétel*

A gyártás során történik az egész tételből folyamatosan.

##### *2. Szakaszos mintavétel*

A mintavételi egységeket (pl. 50 kg-os kiszerelésű zsákokat) véletlenszerűen kell kiválasztani.

A mintavétel alapfeltétele, hogy a műtrágyából vett vizsgálandó rész minta hűen reprezentálja az egész összetételét. Ennek érdekében a nagy mennyiségből pl. 50 kg-os kiszerelésből, több

helyről kell mintát venni. Az így összegyűjtött részmintákat jól össze kell keverni, majd átlós negyedeléssel a kívánt mennyiségre csökkenteni (0,5–2 kg). A cél az, hogy az ún. 1 kg-os alapminta, melyet ténylegesen vizsgálunk, minél jobban jellemezze az egész mintavételi egységet.

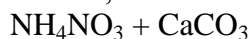
### **A leggyakrabban használt nitrogén műtrágyák vizsgálata:**

ammóniumsók:

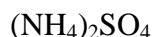
–ammónium–nitrát, AN (34% N)



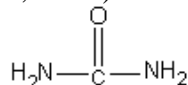
–Pétisó, mészammon–salétrom MAS (25% N)



–ammónium–szulfát, AS (21% N)



karbamid, U (46,6% N)



A nitrogén műtrágyák szabad szemmel általában nem különböztethetők meg egymástól, hiszen bár alapvetően fehéres színűek, a gyártástechnológiától függően lehetnek egy kissé szürkések, vagy sárgások. A megkülönböztetésük fizikai, kémiai vizsgálatok alapján – oldhatóság, jellemző ionreakciók– történhet.

#### **1./ Oldhatóság vizsgálat**

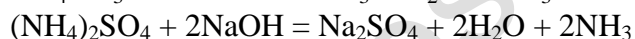
Négy felcímkézett, ill. megjelölt kémcsőbe tegyünk kevés szilárd N műtrágyát, majd ioncserélt víz hozzáadásával figyeljük meg az oldódásukat.

#### **2./ Kémhatás vizsgálat**

Négy felcímkézett, ill. megjelölt kémcsőbe tegyünk kevés szilárd N műtrágyát, ioncserélt vízben oldjuk fel, majd indikátor segítségével állapítsuk meg az oldatok kémhatását.

#### **3./ Az ammónium–ion kimutatása**

A négy vizsgált műtrágya közül a karbamid kivételével valamennyi műtrágya ammóniumsó, ezért a NaOH ammóniát szabadít fel belőlük.



Négy felcímkézett, ill. megjelölt kémcsőbe tegyünk egy kevés megfelelő nitrogén műtrágyát, majd oldjuk fel ioncserélt vízben. Öntsünk a kémcsővekbe NaOH oldatot, majd kezünkkel legyezve a kémcső nyílását, kémleljük, hogy érezzük– e az ammóniaszagot.

Ha nem észleljük a szúrós szagú ammóniagázt, akkor a vizsgált műtrágya nem lehet ammóniumsó, hanem valószínűleg a karbamidról lehet szó.

Pozitív reakció esetén (mikor tehát  $\text{NH}_3$  szabadul fel) el kell döntenünk, hogy ammónium–nitrát, vagy ammónium–szulfát tartalmú–e a műtrágya, tehát a továbbiakban nitrát–, illetve szulfátióra kell vizsgálnunk.

#### **4./ A nitrát–ion kimutatása**

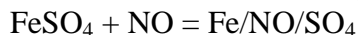
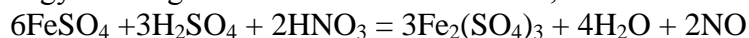
a/ A nitrátion  $\text{FeSO}_4$  és cc.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  segítségével mutatható ki. Nitrát jelenlétében barna színű komplex vegyület keletkezik.

A vizsgálandó műtrágya kis mennyiségét vízben oldjuk és kb.  $1 \text{ cm}^3$  műtrágyaoldathoz óvatosan  $3 \text{ cm}^3$  koncentrált kénsavat adunk. A kémcsövet vízcsap alatt lehűtjük, majd a megdöntött kémcső falán végig folytatva, kb.  $2 \text{ cm}^3$  ferro–szulfát ( $\text{FeSO}_4$ ) oldatot rétegzünk az oldat fölé. Ha óvatosan adagoljuk a ferro–szulfát oldatot, a tömény kénsavoldat a nagy sűrűsége miatt a kémcső aljára süllyed, a vizes ferro–szulfát oldat pedig a tetejére rétegződik. Így két egymástól jól elkülönülő folyadékfázist láthatunk a kémcsőben.

Ha a műtrágya nitrátot tartalmazott, a két folyadék határfelületén barna gyűrű keletkezik.

*A jelenség magyarázata:*

A barna gyűrű nitrozo–ferro–szulfát képződése következtében alakul ki. Tömény kénsav hatására a nitrátokból salétromsav szabadul fel, mely fölös koncentrált kénsav jelenlétében a ferro–szulfátot erőlyesen oxidálja. A reakcióban felszabaduló nitrogén–monoxid a ferro–szulfát fölöslegében barna színű laza komplex vegyületté, nitrozo–ferro–szulfáttá alakul. (A vegyület magasabb hőmérsékleten bomlik, az oldat elszíntelenedik.)



Pozitív reakció esetén, azaz ha a két folyadék határfelületén keletkezik a barna gyűrű, nitráttartalmú volt a műtrágyánk, tehát vagy az ammónium–nitrát, vagy a pétisó lehetett.

b/ A nitrátió a Griess–Ilosvay reagenssel is kimutatható.

Zn por és HCl segítségével a nitrátot nitritté redukáljuk. A nitrit a Griess–Ilosvay I. és II. reagenssekkel piros színű vegyületté (azofesték) alakul.

Kevés  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  műtrágyát oldjunk fel ioncserélt vízben. Szórjunk a kémcsőbe kis mennyiségű Zn port, öntsünk hozzá HCl oldatot. A Zn a sósavból hidrogént szabadít fel, mely nitritté redukálja a nitrátot. Ezután sorban öntsünk a kémcsőbe Griess Ilosvay I., és Griess–Ilosvay II. oldatokat. A nitrit jelenlétében jellegzetes vörös színű vegyület jön létre.

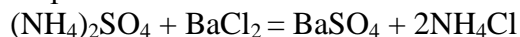
### 5./ A $\text{CaCO}_3$ kimutatása

Az ammónium–nitrát jól oldódik vízben, a pétisó azonban vízben nem oldódik fel maradéktalanul. Utóbbi vizes oldata a sósav hatására pezseg (keletkező széndioxid gáz fejlődése miatt).



### 6./ A szulfát–ion kimutatása:

A szulfátió sósavas  $\text{BaCl}_2$  oldattal mutatható ki. A  $\text{Ba}^{2+}$  ion a  $\text{SO}_4^{2-}$  ionnal fehér, porszerű csapadékot alkot.



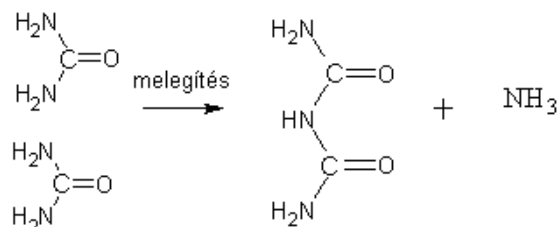
A vizsgálandó műtrágya kis mennyiségét kémcsőbe tesszük, majd ioncserélt vízben oldjuk. Kevés sósavas bárium–klorid oldatot öntünk hozzá.

Pozitív reakció esetén (ha tehát a műtrágyánk szulfáttartalmú) fehér, porszerű, vízben és savakban nem oldódó csapadék válik ki. Ezen reakció alapján az ammónium–szulfát a többi nitrogén műtrágyától megkülönböztethető.

### 7./ A karbamid kimutatása

A karbamidot biuret próbával mutathatjuk ki. Pozitív reakció esetén a biuret reagens lila színnel jelez.

Száraz kémcsőbe kevés (kb:1g) karbamidot teszünk. (Figyelem! Nem oldjuk fel vízben!) Óvatosan melegítjük a kémcsövet. A karbamid először megolvad, majd ammóniagáz fejlődése közben a kémcső tartalma megszilárdul, biuret képződik.



A kémcső tartalmát, a biuret vegyületet hűlni hagyjuk, majd ioncserélt vízben oldjuk. Biuret reagenst hozzáöntve megfigyelhetjük a lilás szín kialakulását.

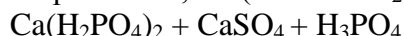


N műtrágyák vizsgálata (A táblázat kitöltésével foglaljuk össze észleléseink eredményét)

	NH <sub>4</sub> NO <sub>3</sub> ammónium– nitrát	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ammónium– szulfát	NH <sub>2</sub> CONH <sub>2</sub> karbamid	NH <sub>4</sub> NO <sub>3</sub> + CaCO <sub>3</sub> pétisó
Vízoldhatóság			.	
Vizes oldat kémhatása lakmusz színe				
Szilárd műtrágya + HCl oldat (CaCO <sub>3</sub> kimutatása)	_____	_____	_____	
Vizes oldat + sósavas BaCl <sub>2</sub> (szulfát–ion kimutatása)	_____		_____	_____
Szilárd karbamiddal Biuret próba	_____	_____		_____
Vizes oldat + NaOH oldat (ammónium–ion kimutatása)			_____	
Vizes oldat + Griess Ilosvay reagensek (nitrát–ion kimutatása)		_____	_____	

### **Foszfor műtrágyák vizsgálata:**

szuperfoszfát, SP (17–18 % P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>)



nyersfoszfát (apatit):



Szabad szemmel megkülönböztetésük igen nehézkes, ezért csak fizikai–kémiai vizsgálat alapján –mint oldhatóság, jellemző ionreakciók–, azonosíthatók.

#### **1./ oldhatóság**

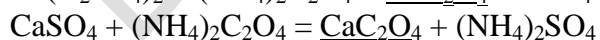
Tegyünk két megjelölt kémcsőbe egy kevés szuperfoszfátot és nyersfoszfátot, majd öntsünk ioncserélt vizet a kémcsővekbe. Nézzük meg az oldhatóságokat!

#### **2./ Kémhatás vizsgálat**

Az 1./ pontban leírtak alapján elkészített vizes műtrágyaoldatokba ejtsünk egy–egy darabka kék lakmuszt, majd nézzük meg, van–e színváltozás. A szuperfoszfátban jelenlevő gipsz vizes oldata savanyú, a nyersfoszfát szuszpenzióban nem várható színváltozás.

#### **3./ A kalcium–ionok kimutatása**

A kalcium–ionokat ecetsavas közegben ammónium–oxalát hozzáadásával fehér színű csapadékká, kalcium–oxaláttá alakítjuk.



A nyersfoszfát, mivel vízben nem (ill. nagyon rosszul) oldódik, kalcium–ionokat is alig juttat a vízbe, ammónium–oxaláttal nagyon kevés csapadékot ad.

Az 1./ pontban leírtak szerint elkészített vizes műtrágyaoldatokhoz öntsünk ecetsavat, majd ammónium–oxalátot. Figyeljük meg mely kémcsőben történt csapadékkiválás.

P műtrágyák vizsgálata (Rögzítsük megfigyeléseinket!)

	$\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 + \text{CaSO}_4 + \text{H}_3\text{PO}_4$ szuperfoszfát	$\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$ nyersfoszfát
Vízoldhatóság		
Vizes oldat kémhatása lakmusz színe		
Vizes oldat + ecetsav +ammónium–oxalát ( $\text{Ca}^{2+}$ – ionok kimutatása)		
Vizes oldat + ammónium –molibdenát + $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (foszfát ion kimutatása)		

**Kálium műtrágyák vizsgálata:**

kálisó (KCl), (szennyezésként tartalmazhat kevés  $\text{K}_2\text{SO}_4$ -ot)

kálium–szulfát ( $\text{K}_2\text{SO}_4$ ) (szennyezésként tartalmazhat kevés KCl-t)

Szabad szemmel ezek megkülönböztetése is igen nehézkes, kémiai vizsgálat alapján – jellemző ionreakciók– azonosíthatók.

**1./ A kálium műtrágyák más műtrágyáktól való megkülönböztetése**

Mindkét káliumműtrágya a lángfestése alapján kimutatható, így más műtrágyáktól megkülönböztethető.

Egy fémplacát nedvesítsünk be ioncserélt vízzel, majd mártsuk bele a szilárd műtrágyába. Tartsuk a feltapadt műtrágyát a gázegő lángjába. A fény színe, ami fakó ibolya, jellemző a káliumra.

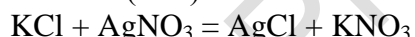
A láng és a szemünk közé tegyünk kobaltüveget, majd így is nézzük meg a lángban kialakult színt. A kobaltüveg azért szükséges, mert a műtrágyában jelenlevő nátrium erős sárga lángfestése elfedi a kálium fakó ibolya lángfestését. Kobaltüvegen ez a zavaró hatás kiküszöbölhető.

**2./ A KCl és  $\text{K}_2\text{SO}_4$  oldhatósága**

Tegyünk két megjelölt kémcsőbe egy kevés kálisót, ill. kálium–szulfátot, majd öntsünk ioncserélt vizet a kémcsővekbe. Nézzük meg az oldhatóságokat!

**3./ A Cl<sup>-</sup> –ion kimutatása**

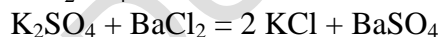
A kálisó (KCl) kloridtartalma ezüst–nitráttal kimutatható.



A KCl vizes oldatához öntsünk  $\text{AgNO}_3$  oldatot. Figyeljük meg a fehér csapadék kialakulását.

**4./ A  $\text{SO}_4^{2-}$  – ion kimutatása**

A  $\text{K}_2\text{SO}_4$  szulfáttartalma bárium–kloriddal kimutatható.



A  $\text{K}_2\text{SO}_4$  vizes oldatához öntsünk  $\text{BaCl}_2$  oldatot. Figyeljük meg a fehér csapadék kialakulását.

**5. / A KCl és  $\text{K}_2\text{SO}_4$  egymástól való megkülönböztetése**

Ha ismeretlen előttünk, hogy melyik kálium műtrágyáról van szó, az azonosítást a következőképpen végezhetjük el:

1./ A kérdéses kálium műtrágyából egy keveset kémcsőbe teszünk és feloldjuk vízben.

2./ Az oldatot kettőöntjük két másik kémcsőbe. Az első kémcsőbe  $\text{AgNO}_3$ -oldatot, a másodikba  $\text{BaCl}_2$ -oldatot öntünk. Megfigyeljük, hogy melyik kémcsőben képződött több csapadék.

Ha az első kémcsőben sok, a másodikban kevés csapadék képződött, akkor az  $\text{AgNO}_3$  hatására keletkezett AgCl csapadék keletkezését láthatjuk inkább, így a keresett műtrágyánk a KCl.

Ha a második kémcsőben képződik sok csapadék a  $\text{BaCl}_2$  hatására, (az elsőben csak kevés, a

szennyeződés miatt), akkor a  $\text{BaSO}_4$  csapadék keletkezését láthatjuk, így a keresett műtrágya a  $\text{K}_2\text{SO}_4$ .

K műtrágyák vizsgálata (Észlelések összefoglalása)

	KCl Kálium–klorid (kálisó)	$\text{K}_2\text{SO}_4$ Kálium–szulfát (kénsavas kálium)
Vízdoldhatóság		
Vizes oldat kémhatása lakmusz színe		
Vizes oldat + sósavas $\text{BaCl}_2$ (szulfát–ion kimutatása)	————	
Vizes oldat + ezüst–nitrát (klorid–ion kimutatása)		————
lángfestés		

#### Összetett műtrágyák vizsgálata

A leggyakrabban alkalmazott összetett műtrágyák az ammónium–foszfátok,  
– monoammónium – foszfát, (MAP),

$\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$

– diammónium – foszfát (DAP),

$(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ .

#### 1./ Oldhatóság

Tegyünk két megjelölt kémcsőbe kevés MAP–ot és DAP–ot, majd öntsünk ioncserélt vizet a kémcsövekbe. Figyeljük meg az oldódást!

#### 2./ Kémhatás vizsgálat

Az oldhatóság vizsgálatnál elkészített vizes MAP és DAP oldatokba ejtsünk indikátorpapírt. Nézzük meg a színváltozást. A két műtrágya vizes oldatának kémhatása jelentősen eltér.

Összetett műtrágyák vizsgálata

	$\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ mono–ammóniumfoszfát (MAP)	$(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ diammóniumfoszfát (DAP)
Vízdoldhatóság		
Vizes oldat kémhatása indikátorpapír színe		

## 6. gyakorlat

### 6.1. Növényi szövetnedv–vizsgálat

#### A meghatározás elve:

A növényi szövetnedv vizsgálat során a növény által már felvett, de még be nem épült szervesetlen ionkészletét határozzuk meg a mintavétel, illetve a vizsgálat időpontjában, mellyel a növény aktuális tápanyag–ellátottsága vizsgálható.

A módszer alapvetően különbözik a növények korábban ismertett teljes tápanyag–tartalmát meghatározó módszerektől. A szövetnedv analízis a növény aktuális tápanyagkészletéről ad tájékoztatást, míg a teljes tápanyag–tartalom vizsgálatok a tenyészidőszak során a mintavétel időpontjáig felhalmozott tápanyagok mennyiségét mutatják meg.

A módszer egyes növényi szervek szövetnedveinek gyors, de csak félkvantitatív vizsgálatát teszi lehetővé laboratóriumi vagy szabadföldi körülmények között. A szövetnedv vizsgálat a növényi szövetek tápelem–ellátottságát határozza meg úgy, hogy a kipréselt nedvben lévő kérdéses tápanyag–ion színes vegyületét képezzük egy színeképző reagens hozzáadásával. A kapott színt egy etalon színskála alapján értékelhetjük és vonhatunk le mennyiségi következtetéseket a kialakuló színintenzitásból.

A módszer előnyeit (gyorsaságát, mobilizálhatóságát – a helyszínen azonnal szerezhetünk információkat az aktuális tápelem–felvételi viszonyokról) felülmúlják hátrányai (félkvantitatív jelleg, a szövetnedv préselés technikai problémái, fiziológiai kérdései) éppen ezért a magyar gyakorlatban nem terjedt el széleskörűen.

A még be nem épült szervesetlen ionkészlet többféleképpen vizsgálható:

1. A megfelelő növényi részből a helyszínen préselve és színeképző cseppreakciókkal vizsgálva.
2. A megfelelő növényi részből a helyszínen kioldva és szintén színeképző reakciókkal vizsgálva.
3. A megfelelő növényi részből a helyszínen kimetszett mintából laboratóriumban kioldva színreakciókkal határozva meg a kérdéses tápanyagok mennyiségét.

Az első két módszer félkvantitatív módszer, ami azt jelenti, hogy az egyes tápanyagok, ionok mennyisége csak becsülhető. Így csak az állapítható meg, hogy az adott tápelem mennyisége milyen koncentráció intervallumba esik, azaz belőle kevés, elegendő vagy sok van jelen a növényben.

#### **A tesztek végrehajtása, értékelése:**

##### **Mintavétel:**

A tápelem–ellátottság helyes megítélése csak megfelelően kivitelezett mintavétellel és helyes mintavételi időpont kiválasztással lehetséges.

A mintavétel kiterjedhet a tenyészidőszak egészére ekkor folyamatosan, meghatározott fenológiai fázisokhoz igazítottan, többszöri mintavétel alapján (pl.: tenyészidőszak kezdetén, közepén és végén) történik. A folyamatos ún. monitoring ellenőrzés előnye, hogy többször szerzünk információt az adott tenyészidőszakban, melyekhez igazíthatjuk a tápanyagpótlás gyakorlatát.

Az egyszeri vizsgálat kevesebb információt szolgáltat és célszerű az intenzív tápanyagfelvétel illetve tápanyagigény időszakára időzíteni.

Bizonyos tápanyagok vizsgálatánál (nitrát–ionok) a helyesen megválasztott napszak is fontos a pontos eredmény érdekében. A vizsgálatokat célszerű 9–10 óra után – az intenzívvé váló felvétel időszakában – végezni.

A szövetnedv vizsgálatoknál a fenti tényezőkön túl az időjárási viszonyok figyelembe vétele is alapvető fontosságú.

Nem célszerű felhős, borongós időben, csapadékos időszakban vagy aszályos periódusban mintát venni, mert ezek a tényezők alapvetően befolyásolják a tápanyagfelvétel ütemét, a beépülés hatékonyságát.

A tesztek elvégzéséhez kellő egyedszámból álló mintát használunk (min. 15–20 egyed).

Amennyiben a vizsgálattal állományfejlettséget is kívánunk vizsgálni, akkor a különböző fejlettségű állományokat külön–külön kell megmintázni.

A vizsgálatokhoz nedvdús növényi részt kell választani, ami leggyakrabban levél, de lehet levélnyel vagy szár is.

A gyakorlat során az első pontban ismertetett módszerrel vizsgáljuk a szövetnedv szervesetlen ionkészletét. A vizsgálatok során a három fő makrotápelem nitrogén– ( $\text{NO}_3^-$ ), foszfor– ( $\text{PO}_4^{3-}$ ) és kálium–ionkészletet határozzuk meg.

A növényi részen friss törési, vágási felületet hozunk létre majd ezen keresztül mechanikai hatás segítségével préseljük ki a szövetnedvet az előkészített tesztcsikra vagy szűrőpapír darabra.

## 1. Szövetnedv nitrát-tartalmának vizsgálata

### A kimutatás elve:

A kimutatás a Griess–Ilosvay reakción alapul, ami a nitrit-ionok jellemző reakciója, mely során a nitrit-ionok szulfanilsavval és  $\alpha$ -naftil-aminnal vörös színeződést adnak.

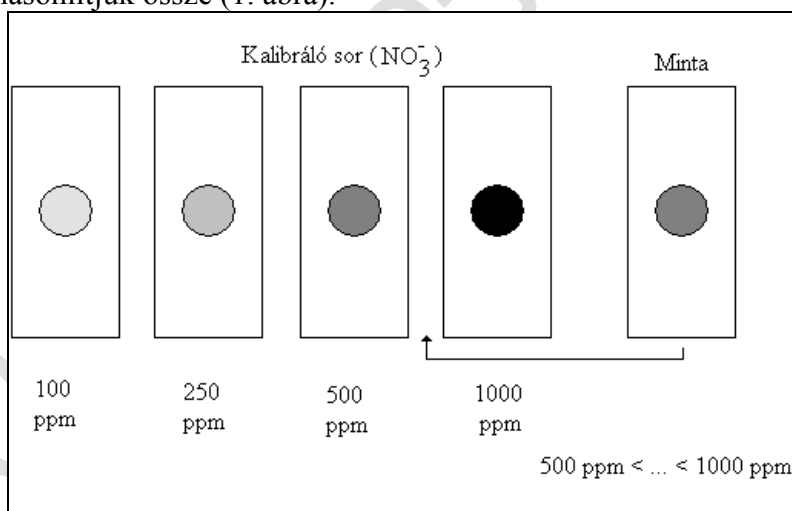
A meghatározás során először a nitrát-ionokat savas közegben cinkpor segítségével nitrit-ionokká redukáljuk majd ezek szulfanilsavval és  $\alpha$ -naftil-aminnal vörös színeződést (azofesték) adnak. A kialakult színintenzitás arányos a nitrit- illetve nitrát-ionok mennyiségével.

A nitrát-por összetétele és a komponensek szerepe:

- |                                       |                                     |
|---------------------------------------|-------------------------------------|
| – Szulfanilsav, $\alpha$ -naftil-amin | színképző reagensek                 |
| – Cinkpor                             | redukáló szer                       |
| – Citromsav/borkősav                  | savas kémhatás biztosítása          |
| – Mangán-szulfát                      | zavaró ionok (klorid) kiküszöbölése |
| – Bárium-szulfát                      | vivőanyag                           |

### A teszt végrehajtása:

A növényi részből szövetnedvet préselünk szűrőpapírra, majd nitrát-porral beszórjuk. A tesztcsíkot félbehajtva a nitrát-port óvatosan a foltba dörzsöljük. A szín kialakulására legalább egy percet várni kell. Ha vöröses-rózsaszín színeződés jelenik meg akkor a szövetnedv nitrátot tartalmaz. Minél erősebb, intenzívebb a kialakult szín annál több nitrát van a szövetnedvben. A vizsgálat azonban így önmagában nem informatív. Félkvantitatívva tehető a vizsgálat, ha a szövetnedvre kapott eredményeket ismert koncentrációjú nitrát oldatok eredményeivel hasonlítjuk össze (1. ábra).



1. ábra: A nitrát-teszt értékelése

## 2. Szövetnedv foszfát-tartalmának vizsgálata

### A kimutatás elve:

A foszfátionok kimutatása a molibdén reakcióval történik, mely azon alapszik, hogy savas közegben a foszfátionok ammónium-molibdenáttal foszfor-molibénsavat képeznek, amit redukálva (pl.: ón vegyületekkel, aszkorbinsavval) kék színű foszfor-molibén komplex jön létre. A kialakuló szín intenzitása arányos a foszfátionok mennyiségével.

### A teszt végrehajtása:

A növényi részből szövetnedvet préselünk a tesztcsíkra majd egy csepp savas ammónium-molibdenát oldatot és egy csepp frissen készített ón-oxalát/ón-klorid oldatot cseppentünk rá. Foszfát-ionok jelenlétében a szűrőpapír megkékül. A vizsgálat félkvantitatívva tehető, ha a

mintánál észlelt színváltozást ismert koncentrációjú foszfát oldatok színintenzitásával hasonlítjuk össze.

### 3. Szövetnedv kálium-tartalmának vizsgálata

#### A kimutatás elve:

A szövetnedv káliumtartalmának vizsgálatára a dipikril–aminos reakció terjedt el. A dipikril–amin lúgos közegben téglavörös, savas közegben citromsárga színű vegyület, ami kálium–ionokkal narancsvörössé válik.

A vizsgálathoz a reagens enyhén lúgos oldatát különböző koncentrációkban a tesztesíkra visszük és beszárítjuk (három eltérő színárnyalatú foltot eredményez).

A vizsgálat során a szövetnedvet és a kalibráló oldatsorozat elemeit illetve a savanyú kémhatást biztosító PK–reagenst ezekre a foltokra cseppentjük, melyek színei a káliumkoncentráció és a pH függvényében vagy megmaradnak, vagy citromsárga foltokká változnak.

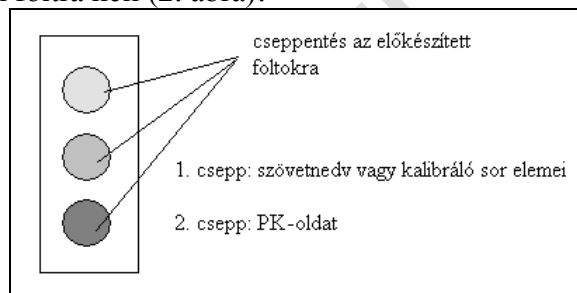
Az értékelésnél mindhárom folt színét figyelembe vesszük!

#### A teszt végrehajtása:

A kimutatás dipikril–aminos tesztesíkkal történik. A növényi részből szövetnedvet préselünk a dipikril–aminos papírra, melyre előzetesen három különböző koncentrációjú lúgos dipikril–amin oldat lett felcseppentve. Ezután savas kémhatású oldatot cseppentünk a foltokra (híg HCl, P–tesztnél használt ammónium–molibdenát (PK–reagens). Ha a foltok helyén citromsárga szín látható, akkor nincs K a szövetnedvben, a narancssárga szín pedig a K jelenlétére utal.

A vizsgálat félkvantitatívva tehető, ha a mintára kapott eredményeket ismert kálium koncentrációjú oldatokra kapott eredményekkel hasonlítjuk össze.

Cseppenteni mindhárom foltra kell (2. ábra)!



2. ábra: A kálium–teszt kivitelezése